THESE

présentée

A L'UNIVERSITE SCIENTIFIQUE ET MEDICALE DE GRENOBLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE SPECIALITE EN METALLURGIE

par

Thang TRAN-DUC

Etude de l'influence du nickel sur les transformations de phases et les caractéristiques magnétiques des alliages Alnico.

Soutenue le 8 Novembre 1972 devant la commission d'examen

M. E. BONNIER — Président

MM. G. KUHN, R. PEFFEN — Examinateurs

THESE

présentée

A L'UNIVERSITE SCIENTIFIQUE ET MEDICALE DE GRENOBLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE SPECIALITE EN METALLURGIE

par

Thang TRAN-DUC

Etude de l'influence du nickel sur les transformations de phases et les caractéristiques magnétiques des alliages Alnico.

Soutenue le 8 Novembre 1972 devant la commission d'examen

M. E. BONNIER — Président

MM. G. KUHN, R. PEFFEN — Examinateurs

UNIV.
LEIDEN

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE
ET MEDICALE DE GRENOBLE

LISTE DES PROFESSEURS

Président : Monsieur Michel SOUTIF

Vice-Président : Monsieur Gabriel CAU

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AUBERT Guy	Physique
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BERNARD Alain	Mathématiques pures
	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrométallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Texicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISSONNEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Texicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique
	CHENE Marcel	Chimie papetière
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie pathologique
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale
	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphiligraphie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique
	FELICI Noël	Electrostatique
	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALISSOT François	Mathématiques pures
MM.	GALVANI Octave	Mathématiques pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GERBER Robert	Mathématiques pures
	GIRAUD Pierre	Géologie
	KLEIN Joseph	Mathématiques pures
Mme	KOFLER Lucie	Botanique et Physiologie végétale
MM.	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques pures
	KRAVTCHENKO Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LOUP Jean	Géographie
Mle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques pures
	MALGRANGE Bernard	Mathématiques pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Seméiologie médicale
	MASSEPORT Jean	Géographie
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques pures
	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	PILLET Emile	Physique industrielle
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIF Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLAND François	Zoologie
	VALENTIN Jacques	Physique nucléaire
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
Mme	VEYRET Germaine	Géographie
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	BULLEMER Bernhard	Physique
	HANO JUN-ICHI	Mathématiques pures
M.	STEPHENS Michaël	Mathématiques appliquées

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM.	BEAUDOING André	Pédiatrie
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques pures
MM.	BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques appliquées
	BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
	BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
Mme	BONNIER Jane	Chimie générale
MM.	CARLIER Georges	Biologie végétale
	COHEN Joseph	Electrotechnique
	COUMES André	Radioélectricité
	DEPASSEL Roger	Mécanique des fluides
	DEPORTES Charles	Chimie minérale
	DESRE Pierre	Métallurgie
	GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
	GEINDRE Michel	Electroradiologie
	GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
	GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
MM.	GLENAT René	Chimie organique
	HACQUES Gérard	Calcul numérique
	JANIN Bernard	Géographie
Mme	KAHANE Josette	Physique
MM.	MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
	PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et minéralogie
	POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
	REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
	REVOL Michel	Urologie
	REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
	ROBERT André	Chimie papetière
	SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
	SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
	SIBILLE Robert	Construction mécanique
	SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme	SOUTIF Jeanne	Physique générale

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mlle	AGNIUS-DELORS Claudine	Physique pharmaceutique
	ALARY Josette	Chimie analytique
MM.	AMBLARD Pierre	Dermatologie
	AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
	ARMAND Yves	Chimie
	BEGUIN Claude	Chimie organique
	BELORIZKY Elie	Physique
	BENZAKEN Claude	Mathématiques appliquées
	BILLET Jean	Géographie
	BLIMAN Samuel	Electronique (TIE)
	BLOCH Daniel	Electrotechnique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM.	BOUCHET Yves	Anatomie
	BOUCHARLAT	Psychiatrie adulte
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques appliquées
	BOUVARD Maurice	Mécanique des fluides
	BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
	BRUGEL Lucien	Energétique
	BUISSON Roger	Physique
	BUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique
	COULOMB Max	Biologie animale
	CROUZET Guy	Radiologie
	DURAND Francis	Métallurgie
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	FERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GENSAC Pierre	Botanique
MM.	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michaël	Mathématiques appliquées
	GROULADE Joseph	Biochimie médicale
	GUITTON	Chimie Electrochimie
	HOLLARD Daniel	Hématologie
	HUGONOT Robert	Hygiène et médecine préven
	IDELMAN Simon	Physiologie animale
	IVANES Marcel	Electricité
	JALBERT Pierre	Histologie
	JOLY Jean-René	Mathématiques pures
	JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
	JULLIEN Pierre	Mathématiques pures
	KAHANE André	Physique générale
	KUHN Gérard	Physique
Mme	LAJZEROWICZ Jeanine	Physique
MM.	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
	LANCIA Roland	Physique atomique
	LE JUNTER Noël	Electronique
	LEROY Philippe	Mathématiques
	LOISEAUX Jean-Marie	Physique nucléaire
	LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MAGNIN Robert	Hygiène et Médecine préven
	MARECHAL Jean	Mécanique
	MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
	MAYNARD Roger	Physique du Solide
	MICHOULIER Jean	Physique (I.U.T. "A")
	MICOUD Max	Maladies infectieuses
	MOREAU René	Hydraulique (INP)
	NEGRE Robert	Mécanique
	PARAMELLE Bernard	Pneumologie
	PECCOUD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES (Suite)

MM.	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PFISTER Jean-Claude	Physique du Solide
	PHELIP Xavier	Rhumatologie
Mlle	PIERY Yvette	Biologie animale
MM.	RACHAIL Michel	Médecine interne
	RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
	RICHARD Lucien	Botanique
Mme	RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire
M.	ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
MM.	ROUGEMONT (DE) Jacques	Neuro-Chirurgie
	SHAN Jean-Claude	Chimie Générale
	STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
	STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
	VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques appliquées
	VEILLON Gérard	Mathématiques appliquées (I
	VIALON Pierre	Géologie
	VOOG Robert	Médecine interne
	VROUSSOS Constantin	Radiologie
	ZADWORNY François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM.	BOUDOURIS Georges	Radioélectricité
	CHEEKE John	Thermodynamique
	GOLDSCHMIDT Hubert	Mathématiques
MM.	SIDNEY STUARD	Mathématiques pures
	YACOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme	BERIEL Hélène	Physiologie
Mme	RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Digitized by the Internet Archive
in 2026

A mes parents

https://archive.org/details/IA41534904_0033

A Monsieur le Professeur E. BONNIER

Effectué dans le Laboratoire de thermodynamique et physico-chimie métallurgiques de l'Ecole Nationale Supérieure d'Electrochimie et d'Electrométallurgie de Grenoble (Laboratoire associé au C.N.R.S.), ce travail a été conduit en étroite collaboration avec la Société d'Etudes et de Recherches Magnétiques à Saint Martin d'Hères.

Monsieur le Professeur E. BONNIER m'a accueilli dans son laboratoire de recherche et m'a fait l'honneur de présider mon jury, je le prie de recevoir ici l'expression de mes remerciements et de ma respectueuse gratitude.

Monsieur G. KUHN, Maître de Conférences, a bien voulu s'intéresser à mon travail en participant à ce jury, je le remercie très sincèrement.

Que Monsieur R. PEFFEN, Maître de Conférences, reçoive ici l'expression de ma profonde reconnaissance et mes remerciements pour ses conseils précieux et son encouragement tout au long de mes recherches.

Mes remerciements vont également à Monsieur LEMAIRE, Directeur de la S.E.R.M.A.G. qui a bien voulu mettre gracieusement à ma disposition les moyens de très haute technicité de sa firme.

A monsieur C. BRONNER, Ingénieur-Docteur responsable du Laboratoire de métallurgie de la S.E.R.M.A.G., qui a suivi avec attention le déroulement de mon travail et m'a fait profiter de ses expériences, j'adresse mes remerciements les plus vifs.

Que Monsieur G. MARCON trouve ici mes remerciements les plus sincères pour ses nombreux conseils et sa collaboration efficace qui m'a été très utile pour mener à bien mes recherches.

A tous mes camarades de Laboratoire et à l'ensemble du personnel technique et administratif j'adresse mes remerciements pour l'aide

qu'ils m'ont apportée.

Il m'est aussi agréable de remercier tout le personnel de la S.E.R.M.A.G., en particulier Messieurs HABERER et JULIEN, pour les obligeants services qu'ils m'ont rendus toujours de bon coeur.

INTRODUCTION

Les alliages alnico sont encore à l'heure actuelle le matériau le plus utilisé pour la confection des aimants permanents, et représentent environ 70 % du marché.

Depuis une quarantaine d'années, innombrables sont les publications qui ont été faites sur les alnico, en particulier sur l'alnico 5 (ou Ticonal 600), dont la composition pondérale est la suivante : Co 24 (± 0,3)%, Ni 14 (± 0,2) %, Al 8 (± 0,2)%, Cu 3 (±0,2) %, Fe solde.

On a constaté que les performances magnétiques dépendent d'une part de la composition chimique et d'autre part des traitements thermiques appliqués. En particulier une étude systématique et approfondie du rôle de chaque élément constitutif sur toutes les transformations physicochimiques pouvant avoir lieu dans l'état solide s'avère indispensable afin de mieux maîtriser les traitements thermiques des alnico. Ainsi des travaux antérieurs ont permis de préciser l'influence de l'aluminium[1], du cuivre[2], du silicium[3], du niobium[4], du titane[5], du cobalt[6].

Notons que pour obtenir de bonnes caractéristiques magnétiques les spécialistes admettent généralement que la teneur en nickel doit être comprise entre 14 et 20 %. Or le nickel, produit stratégique, est un métal relativement rare et cher. En conséquence, il est intéressant de vérifier si une réduction de la teneur en nickel est possible sans nuire aux performances magnétiques de l'aimant permanent.

C'est l'objet premier du présent travail. De plus, afin de faciliter l'exécution des traitements thermiques, nous avons déterminé les valeurs précises des différents points de transformation. Enfin nous avons envisagé, pour les alliages renfermant 11, 12 et 13 % de nickel, l'influence d'une addition complémentaire de niobium (de 0,2 à 0,8 %) dans l'espoir que la présence de ce dernier élément soit susceptible d'augmenter le champ

coercitif, comme c'est le cas pour le ticonal 600 D[9].

Pour faciliter la compréhension des différentes études entreprises, nous allons rappeler très brièvement les principales caractéristiques magnétiques d'un aimant permanent et les différentes transformations susceptibles de se produire dans l'alnico 5.

Un aimant permanent est caractérisé pleinement par sa courbe de désaimantation (Fig. 1), ou à défaut par trois valeurs relevées sur cette courbe : le champ coercitif Hc, l'induction rémanente Br, et le produit d'énergie $(BH)_{max.}$ qui est le maximum d'énergie utilisable. Par ailleurs, si on admet (comme le font la plupart des auteurs) que les transformations pouvant se dérouler dans l'alnico 5 sont les mêmes que celles existant dans les alliages Fe-Ni-Al (ou Alni), on peut suivre ces dernières en se basant sur la morphologie de la section quasi-binaire représentée sur la figure 2.

Ainsi, à haute température, entre 1250°C et le solidus, il n'y a qu'une seule phase stable α de structure cubique centrée.

Si le refroidissement de l'alliage est suffisamment rapide pour éviter certaines transformations indésirables, la phase α subit vers 850°C une réaction de démixtion qui donne naissance à deux phases α_1 et α_2 également de structure cubique centrée. Notons que la phase α_1 est répartie régulièrement au sein de la matrice α_2 et qu'elle est fortement ferromagnétique, étant riche en fer et en cobalt, tandis que la phase α_2, riche en nickel et en aluminium, est faiblement magnétique.

Par contre, lors d'un refroidissement plus lent, la phase α est susceptible, entre 1200°C et 900°C, de donner, en proportions variables, une nouvelle phase γ, cubique à faces centrées, non magnétique. Cette dernière subit ultérieurement, entre 700°C et 600°C, une transformation allotropique qui conduit à la phase α_γ, cubique centrée, mais jusqu'à présent son domaine d'existence exact n'a jamais été représenté sur le diagramme

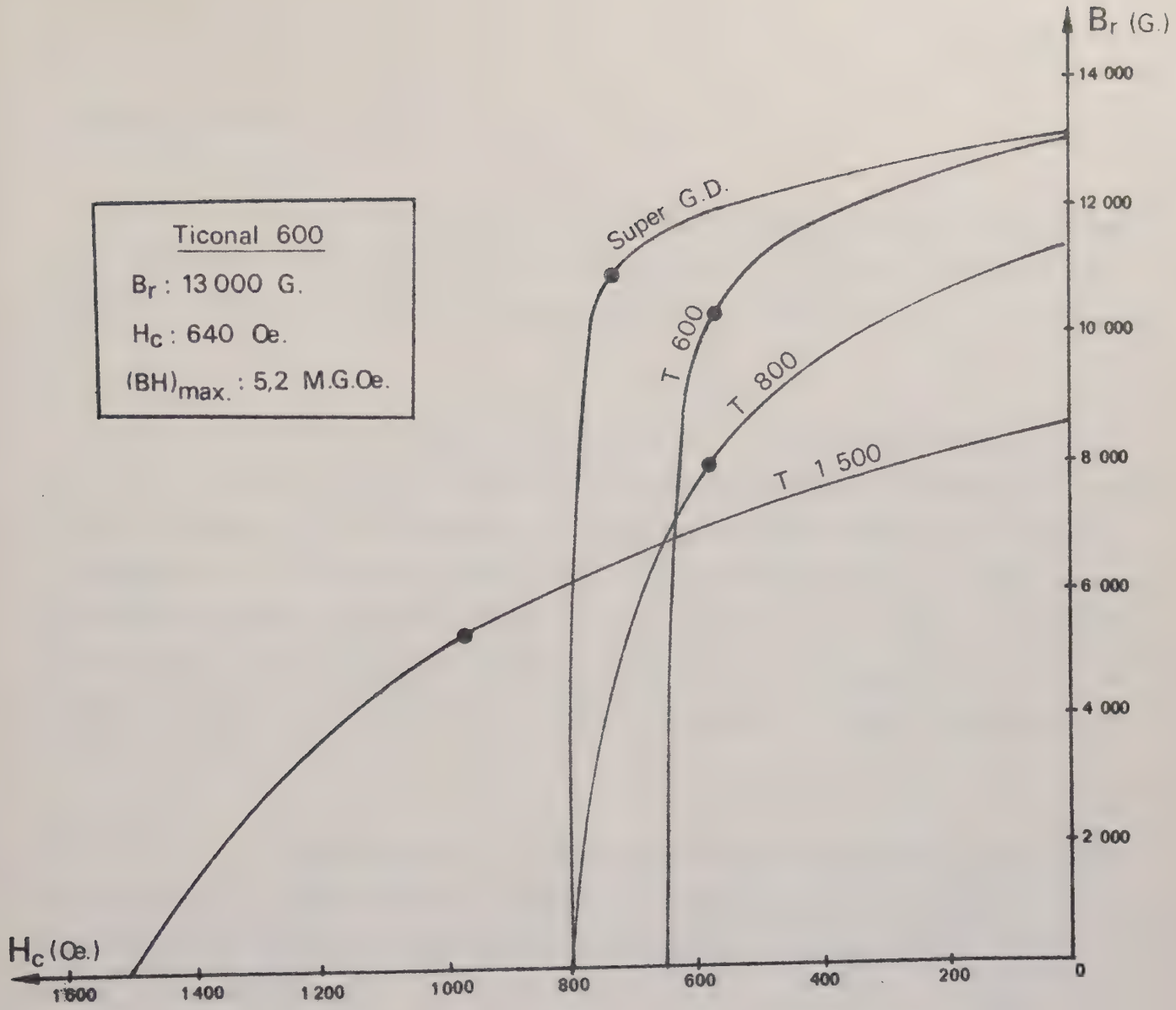


Fig. 1 : Courbes de désaimantation des Ticonal industriels.

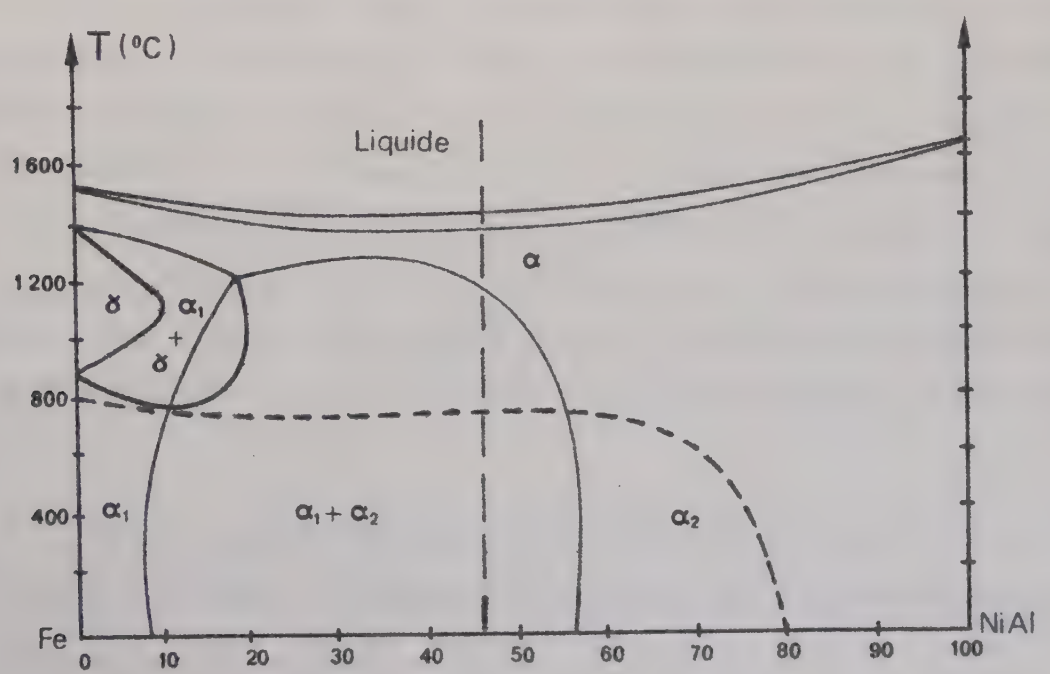


Fig. 2 : Section verticale du diagramme Fe - NiAl.

ternaire Fe-Ni-Al.

En résumé, à la température ambiante, l'alnico 5 peut contenir, en proportions variables, les trois phases α_1, α_2 et α_γ suivant la composition chimique et l'évolution thermique effectivement mises en jeu (cf. Fig. 3).

Comme l'apparition de la phase γ, puis finalement α_γ, se répercute toujours défavorablement sur les performances magnétiques, de nombreux chercheurs se sont attachés à étudier plus particulièrement la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. Plusieurs d'entre eux[7,3] ont montré qu'elle est régie par les paramètres temps et température et qu'en conditions isothermes il est intéressant de tracer les courbes marquant le début de la décomposition $\alpha \rightarrow \gamma$ - courbes en C -, de telles courbes étant semblables à celles établies pour les aciers spéciaux.

Ultérieurement, il a été prouvé que la position de ces courbes est liée à la composition chimique du matériau et c'est ainsi que l'influence de la teneur en silicium[3], en titane[5], en niobium[4] et en cobalt[6] a été précisée.

Jusqu'à présent rien de semblable n'a été entrepris en ce qui concerne le nickel. De plus, le lien existant entre la concentration en nickel et l'écart séparant la température de Curie et la température à laquelle débute la réaction de démixtion n'a pas encore été établi, bien que sa connaissance soit nécessaire pour prévoir l'efficacité du traitement thermomagnétique. En effet, conformément à la théorie de Cahn[8], il importe que la température à laquelle débutela réaction de démixtion soit certes inférieure à la température de Curie, mais suffisamment proche de cette dernière pour que l'élongation des particules α_1 sous l'action du champ magnétique soit maximale.

C'est précisément pour combler ces lacunes que notre travail est consacré à l'étude de l'influence du nickel sur les transformations

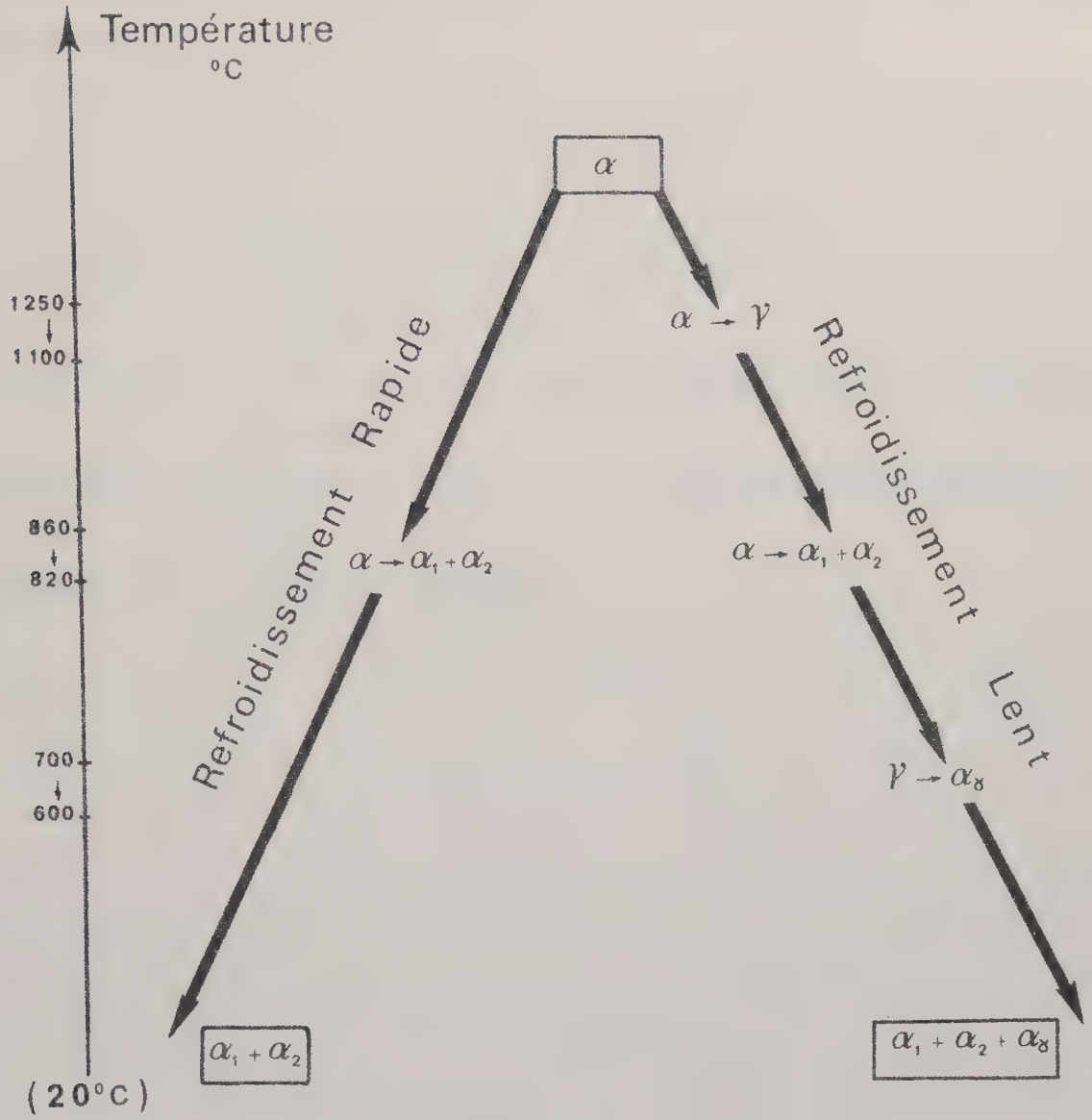


Fig. 3 : Transformations physicochimiques et phases obtenues suivant le mode de refroidissement pour un alliage du type Alnico 5 (Ticonal 600)

physicochimiques des alnico et leurs répercussions sur les caractéristiques magnétiques.

La suite de ce mémoire comporte les cinq chapitres suivants :

CHAPITRE I : Méthodes d'investigation et de mesure.

CHAPITRE II : Influence du nickel sur la cinétique de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ en conditions isothermes.

CHAPITRE III : Influence du nickel sur les transformations en conditions anisothermes.

CHAPITRE IV : Influence du nickel sur les caractéristiques magnétiques des alnico.

CHAPITRE V : Conclusions générales.

CHAPITRE I

METHODES D'INVESTIGATION ET DE MESURE

L'étude a porté sur six nuances d'alliages, toutes dérivées de l'alnico 5, la teneur pondérale en nickel variant de 11 à 16 % aux dépens du fer, les teneurs des autres éléments demeurant inchangées (Co 24 % - Al 8 % - Cu 3 %).

A - ELABORATION des ALLIAGES :

A partir de matières premières de qualité commerciale courante, des charges pesant environ 4,500 kg chacune ont été fondues au four à induction sous atmosphère d'argon. Les coulées correspondantes ont été effectuées dans des moules Croning classiques.

Les compositions pondérales respectives des six nuances ainsi élaborées sont indiquées dans le tableau I :

Nuance d'alliage en % Ni	Al	Co	Cu	Ni	Fe
11	7,92	23,4	3,1	10,65	solde
12	8,25	23,9	3,0	11,9	"
13	8,22	24,0	3,05	12,9	"
14	8,25	24,0	3,1	13,8	"
15	8,25	24,0	3,1	14,9	"
16	8,22	24,1	3,1	15,7	"

TABLEAU I

B - TRAITEMENTS THERMIQUES :

1/ Traitement isotherme (Fig. 4) :

Des éprouvettes cylindriques, de 10 mm de diamètre et 10 mm de longueur, ont été homogénéisées à 1300°C pendant une demi-heure. Ensuite, elles ont été refroidies très rapidement jusqu'à des températures s'échelonnant entre 1180°C et 850°C, puis maintenues à température constante, pendant des temps croissants variant de 30 secondes à 2 heures, et finalement, à l'issue de chacun de ces maintiens, elles ont été trempées à l'eau.

2/ Traitement thermomagnétique (Fig. 5) :

Nous avons utilisé le traitement couramment appliqué au ticonal 600. Ce traitement comporte les quatre stades suivants :

a) une homogénéisation durant 30 minutes à 1300°C afin d'obtenir uniquement la phase α

b) un refroidissement suffisamment rapide jusqu'à 900°C pour éviter la formation de la phase γ

c) puis un refroidissement à vitesse contrôlée permettant de passer de 900°C à 600°C en 15 minutes environ, celui-ci étant réalisé en présence d'un champ magnétique qui a pour effet d'aligner dans une direction préférentielle le plus grand nombre possible des particules α_1 issues de la réaction de démixtion

d) enfin un double revenu : le premier de 6 heures à 650°C, suivi d'un deuxième de 24 heures à 550°C.

3/ Réalisation pratique :

L'homogénéisation et les maintiens isothermes ont été réalisés dans des fours à résistance de type classique.

Les traitements thermiques sous champ ont été effectués dans un "orienteur" mis au point par la SERMAG, le champ délivré par l'électro-aimant étant de l'ordre de 4000°C.

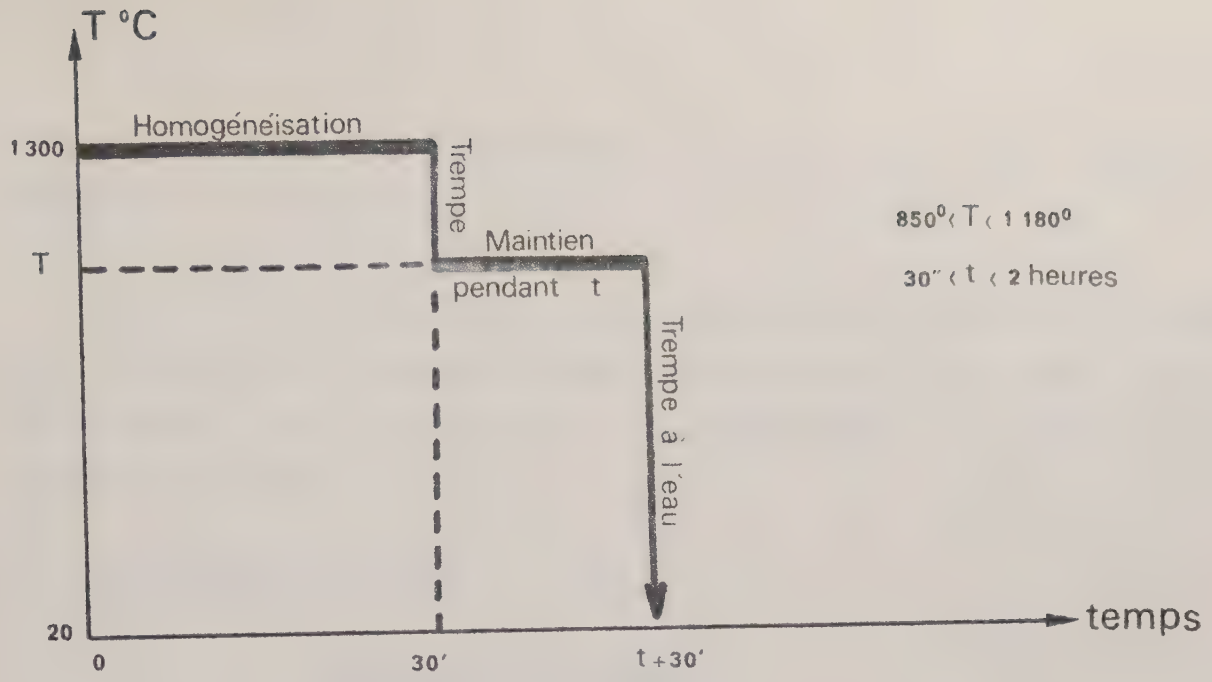


Fig. 4 : Traitement isotherme.

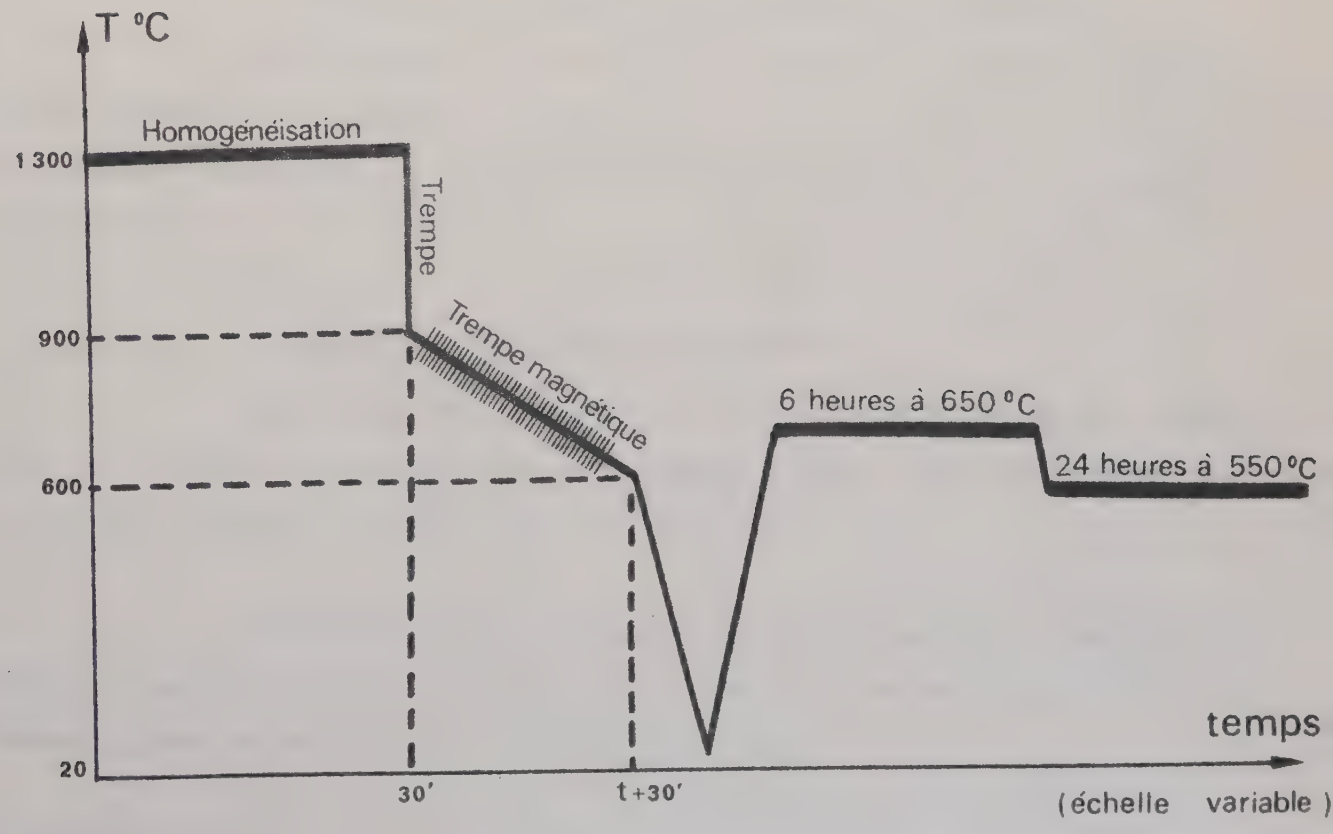


Fig. 5 : Traitement anisotherme.

Enfin, le double revenu a eu lieu dans un four ventilé RIPOCHE.

La régulation et le contrôle de la température ont été obtenus par l'utilisation de deux thermocouples Pt/Pt-Rh 10 % et d'un régulateur-enregistreur MECI à 6 directions, du type Speedomax. La précision des mesures est de l'ordre de ± 5°C.

C - METHODES d'ANALYSE :

1/ Examen micrographique :

Après attaque au réactif de Rosenhaim, les échantillons ont été observés micrographiquement afin de déceler la présence éventuelle de la phase α_γ qui si elle existe, apparaît sous forme aciculaire aux joints de grains.

2/ Mesure de l'aimantation spécifique à saturation :

Les mesures ont été faites à l'aide d'un dispositif construit par la SERMAG, en utilisant la méthode dite de l'extraction. Pour l'étalonnage préalable de l'appareil, nous avons utilisé des échantillons de nickel et de cobalt purs.

3/ Analyse thermique différentielle :

Elle a été effectuée à l'aide d'un appareil NETZSCH, modèle 404, qui permet de travailler sous atmosphère d'argon, dans une gamme de température comprises entre + 20°C et + 1550°C.

Le programmateur électronique de cet analyseur thermique différentiel permet d'utiliser 10 vitesses de chauffe et de refroidissement différentes, s'échelonnant de 0,1 à 100°C par minute.

4/ Analyse dilatométrique :

Elle a été réalisée à l'aide du dilatomètre NETZSCH, modèle 402 E, qui permet d'utiliser le même programmateur de température que l'analyseur thermique différentiel décrit précédemment.

Signalons que la température du palpeur de mesure a été maintenue rigoureusement constante à ± 0,01 °C, grâce à l'utilisation d'un bain thermostatique TAMSON (modèle T E 3) et que toutes les mesures ont été entreprises sous un vide de 2.10^{-5} Torr.

5/ Analyse thermomagnétique :

Un thermomagnétomètre CHEVENARD, modèle G.T.M.A., à enregistrement photographique, a permis de déterminer les températures de Curie de nos différents alliages. Pour augmenter la précision des mesures nous avons placé un thermocouple Ni/Ni-Cr à l'intérieur de l'enceinte de travail, le plus près possible de l'échantillon, et nous avons étalonné le dispositif ainsi modifié à l'aide d'échantillons de nickel et de fer purs.

6/ Analyse aux rayons X :

Des études aux rayons X ont été entreprises sur les deux nuances extrêmes renfermant 11 et 16 % Ni, dans les états trempés et recuits, dans l'espoir de différencier les phases présentes dans l'alliage et de déterminer ainsi leurs paramètres de maille.

Comme dans le cas des autres nuances d'alnico ces essais se sont soldés par un échec, toutes les phases cubiques centrées ayant des paramètres de maille extrêmement voisins.

7/ Mesures magnétiques :

Les caractéristiques magnétiques Br, Hc, $(BH)_{max}$ ont été évaluées au moyen d'un perméamètre A.E.G., type M 4. La précision des mesures est de ± 1 %.

CHAPITRE II

INFLUENCE DU NICKEL SUR LA CINETIQUE DE LA TRANSFORMATION $\alpha \rightarrow \gamma$ EN CONDITIONS ISOTHERMES

Comme nous l'avons déjà signalé, la composition chimique des alnico a une très grande influence sur la cinétique de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ et, par analogie avec les aciers spéciaux, il est possible de parler de trempabilité des alnico. C'est ainsi que des éléments tels que le cobalt et le niobium sont considérés comme gammagènes, car ils favorisent l'apparition de la phase parasite γ, tandis que l'aluminium, le silicium, le titane, entre autres, sont qualifiés d'alphagènes puisqu'ils stabilisent, dans une certaine mesure, la phase α.

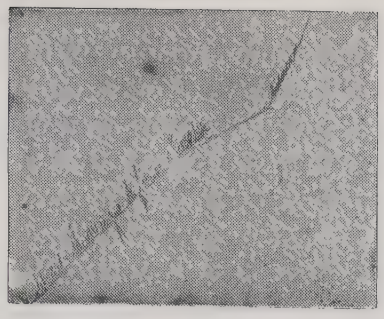
Compte tenu de ce qui précède, il est important de bien préciser l'influence du nickel sur la trempabilité des alnico. Dans ce but nous avons établi expérimentalement les courbes en C correspondantes, en nous basant sur l'analyse micrographique qui seule permet une observation suffisamment précise du début effectif de la précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$. En réalité nous avons observé, à la température ordinaire, non plus la phase γ mais la phase α_γ qui en est issue. La morphologie aciculaire très caractéristique de cette dernière rend son identification très facile.

A titre d'exemple nous avons représenté sur la planche I des micrographies montrant l'influence du temps de maintien t sur la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ en conditions isothermes. On peut constater que le début effectif de la précipitation est situé entre t = 2 minutes 45 secondes et t = 3 minutes, vraisemblablement à t = 2 minutes 50 secondes (à ± 5 secondes) étant donné l'aspect de ces deux micrographies.

Sur la planche II figurent des micrographies permettant de voir

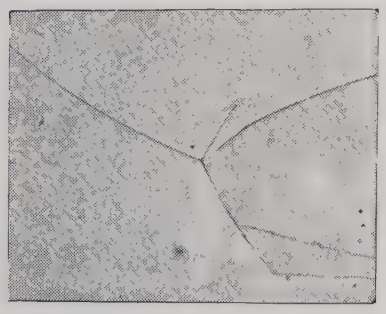
temps

4 mn.

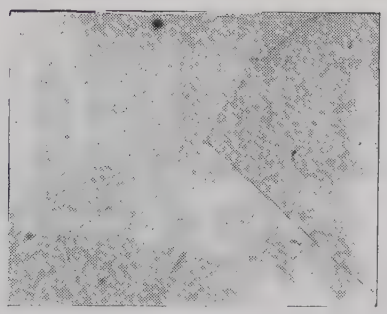


3 mn.

2 mn.45 s.



2 mn.30 s.



2 mn.

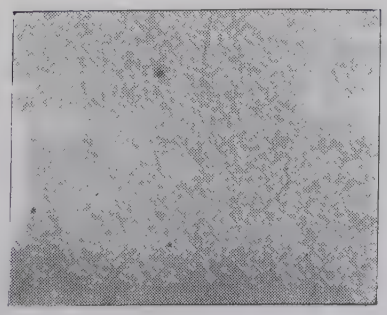


PLANCHE I

Micrographies montrant l'influence du temps de maintien sur la précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$ en conditions isothermes.

(Homogénéisation : 1 300 °C durant 30 mn.
Température de maintien : 1 060 °C.
Alliage : Alnico V.)

Grossissement : 10 × 11,5

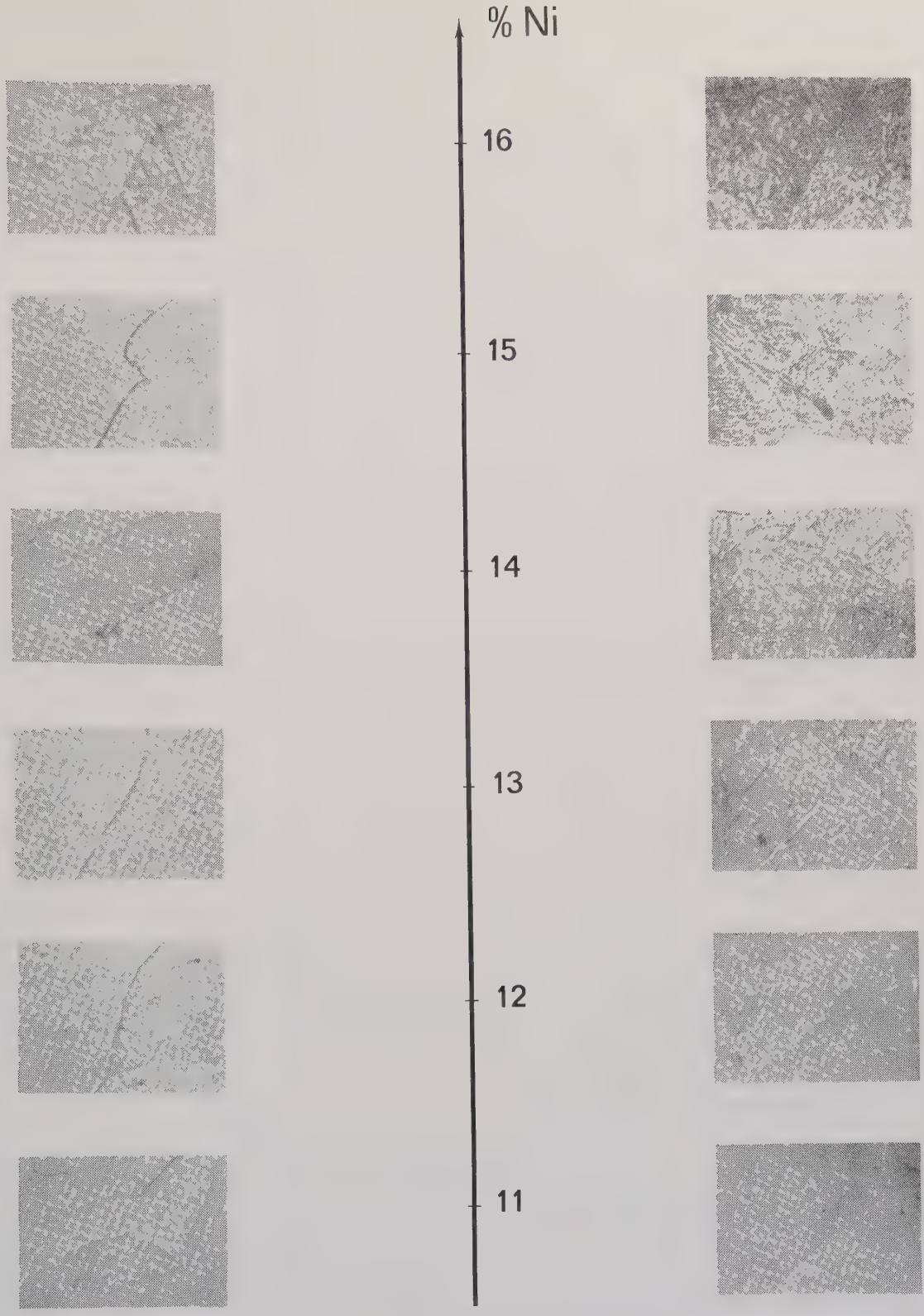


PLANCHE II

Micrographies montrant l'influence du Nickel sur la précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$ dans les Alnico à 24 % de Cobalt.

(Grossissement 8x12)

l'influence du nickel sur cette même transformation, dans les deux états brut de coulée et recuit.

Les résultats obtenus nous ont permis de tracer les cinq courbes représentées sur la figure 6. Soulignons que la fourchette d'erreur dans l'appréciation micrographique est de l'ordre de ± 5 secondes, pour toutes les températures. Pour les cinq nuances renfermant de 12 à 16 % de nickel et pour chacune des températures de maintien suivantes : 1140°C, 1060°C, 980°C et 900°C, le début de la précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$ a pu être estimé micrographiquement avec la précision indiquée dans le tableau II.

Températures de maintien	NUANCES D'ALLIAGES				
	12 % Ni	13 % Ni	14 % Ni	15 % Ni	16 % Ni
1140°C	-	-	11'(±30")	2'(±5")	0'46"(±5")
1060°C	120'(±1')	7'30"(±10")	2'50"(±5")	1'35"(±5")	0'48"(±5")
980°C	24'(±30")	7'(±10")	4'40"(±5")	3'12"(±5")	2'(±5")
900°C	110'(±1')	38'(±1')	24'(±30")	16'(±30")	10'(±30")

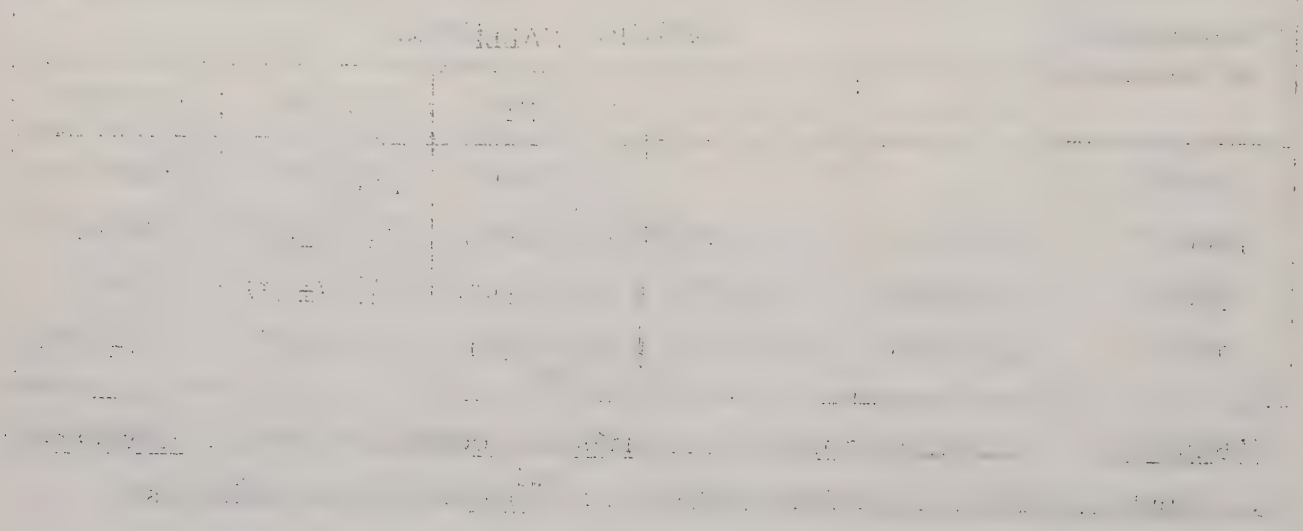
TABLEAU II - Temps de maintien, estimés micrographiquement, correspondant au début effectif de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ en conditions isothermes.

D'après la forme et la position des courbes (Fig. 6), nous pouvons formuler les quatre remarques suivantes :

1/ L'influence gammagène du nickel est manifeste étant donné qu'une teneur croissante en cet élément améliore la cinétique de la précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$ et décale vers la gauche les courbes en C. A titre d'exemple, le nez de la courbe 16 % Ni est situé à 45 secondes, alors que celui de la courbe 12 % Ni se trouve à 24 minutes.

Conjointement, le domaine d'existence de la phase γ mélangée à la phase α initiale est plus étendu dans l'échelle des températures.

2/ Les nez relatifs aux différentes courbes ne correspondent pas à la même température, mais sont décalés vers le haut de 30°C envi-



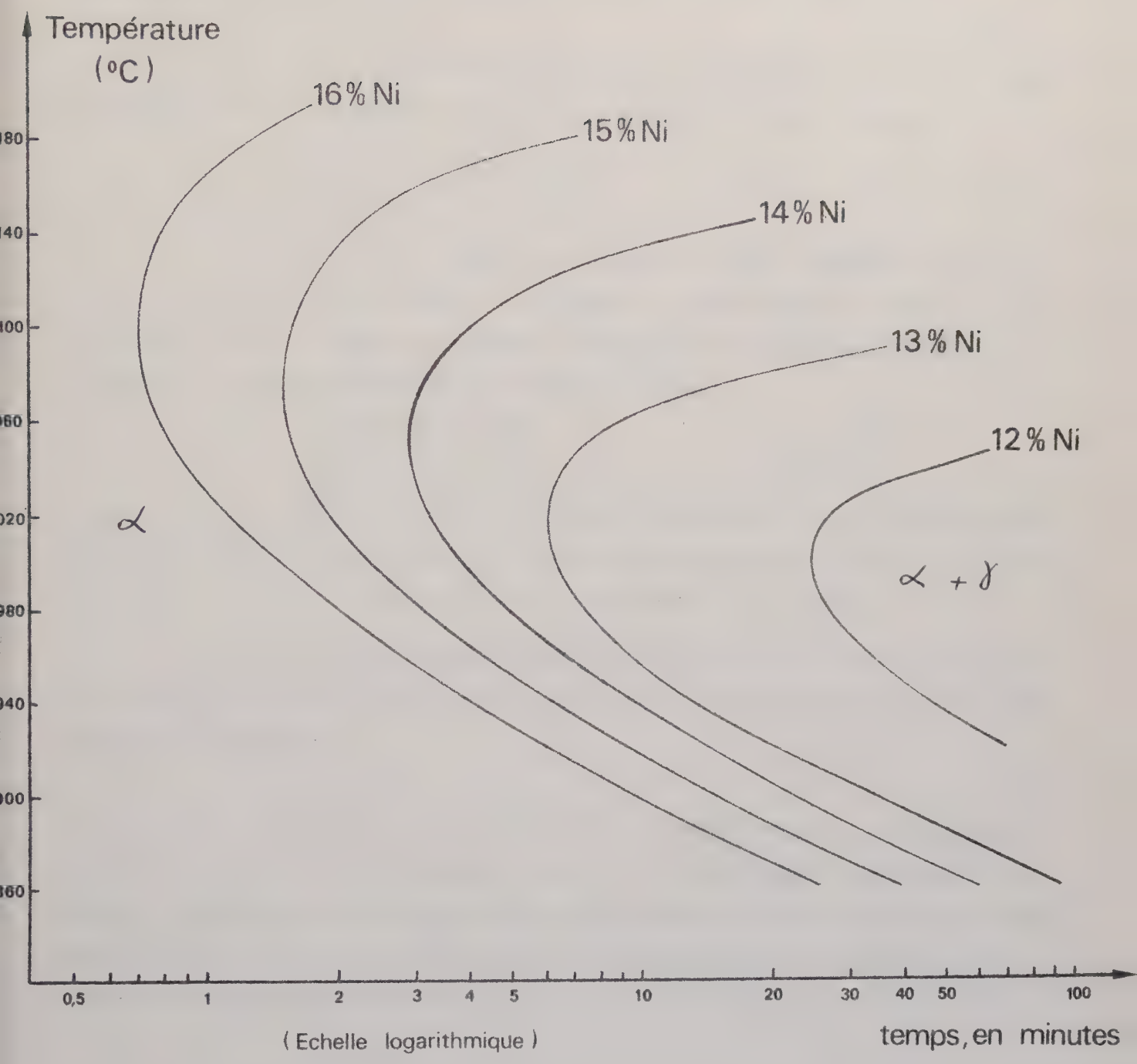


Fig. 6 : Courbes de début de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ en conditions isothermes, en fonction de la température et du temps.

ron pour chaque % de nickel contenu dans les alliages considérés.

Ainsi, en désignant par T_x la température du nez de la courbe relative à x % de nickel, nous avons une relation de la forme :

$$\boxed{T_{x+1} \simeq T_x + 30°C} \qquad 11 \leq x < 16$$

3/ De plus, pour des teneurs en nickel comprises entre 13 et 16 %, l'évolution des durées d'incubation (c'est-à-dire des laps de temps s'écoulant entre le début du maintien isotherme et l'apparition effective de la phase γ) suit sensiblement la relation suivante :

$$\boxed{t_x \simeq 2\ t_{x+1}} \qquad 13 \leq x < 16$$

Compte tenu des remarques précédentes nous avons représenté sur la figure 7 l'évolution, en fonction de la teneur en nickel, de la position des "nez" des courbes en C (en température et en temps).

4/ Notons que la courbe relative à 11 % de nickel n'a pas été tracée (cf. Fig. 6) car le temps minimum correspondant au nez est supérieur à 100 minutes.

En conclusion, d'après les résultats obtenus, on peut déjà prévoir que les alliages renfermant plus de 16 % de nickel n'auront pas de bonnes performances magnétiques car il sera très difficile d'éviter une précipitation importante de la phase γ lors du traitement thermomagnétique. Les données magnétiques rassemblées dans le chapitre IV illustreront ces faits.

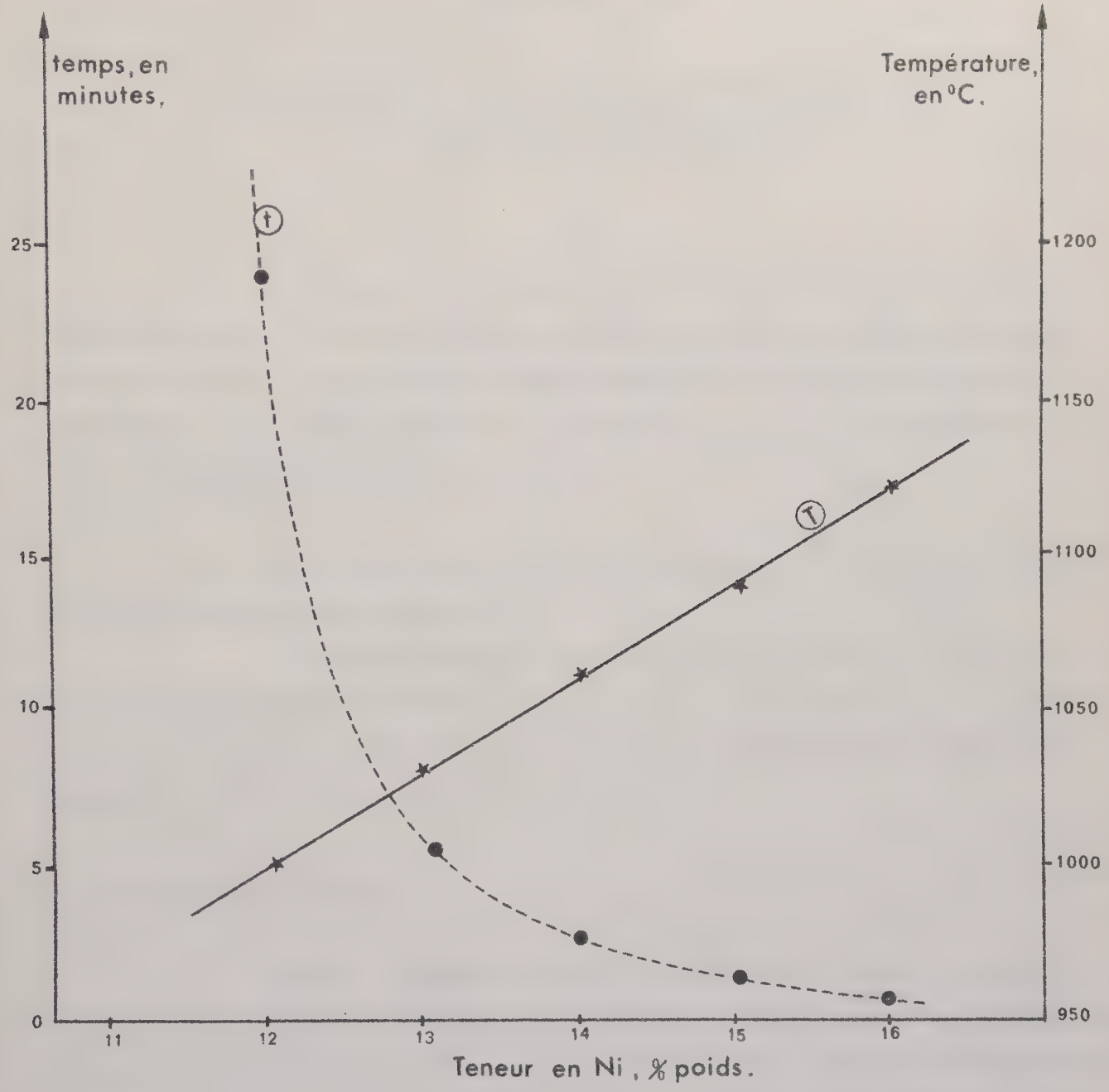


Fig.7 : Evolution, en fonction de la teneur en nickel, de la position du «nez» des courbes en C :

---------- : temps

———————— : température

CHAPITRE III

INFLUENCE DU NICKEL SUR LES TRANSFORMATIONS EN CONDITIONS ANISOTHERMES

Pour réaliser convenablement le traitement thermomagnétique il est nécessaire de bien connaître la position exacte des différents points de transformation, correspondant respectivement au début de la réaction de précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$, de la réaction de démixtion $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$ et au passage du ferro au paramagnétisme (point de Curie).

En conséquence, il est très intéressant d'étudier la variation de ces points de transformation :

1/ en fonction de la teneur en nickel, pour une loi de refroidissement donnée (5°/minute)

2/ en fonction de la vitesse de refroidissement, pour deux teneurs en nickel bien déterminées (12 et 14 %).

A - REALISATION PRATIQUE :

Afin de confronter les résultats obtenus, nous avons fait appel à des méthodes de principe très différent : la meilleure est l'analyse thermique différentielle qui s'impose par sa sensibilité, sa reproductibilité et sa souplesse d'emploi, les autres telles que l'analyse dilatométrique, l'analyse thermomagnétique et la micrographie optique n'ont servi qu'à expliciter ou confirmer les résultats obtenus par la première méthode.

Nous allons signaler très brièvement les problèmes expérimentaux particuliers que nous avons dû résoudre pour mener à bien notre étude.

a) Au cours de ce travail, nous avons constaté que la température de Curie et la température à laquelle débute la réaction de démix-

tion sont souvent très proches l'une de l'autre, ce qui rend difficile le dépouillement des thermogrammes différentiels, c'est-à-dire la localisation précise de ces deux types de transformations. Pour surmonter cette difficulté, nous avons au préalable déterminé les points de Curie à l'aide du thermo-magnétomètre Chevenard.

Soulignons que les températures de Curie traduisant une transformation du deuxième ordre, sans changement de phase, doivent être, en principe, parfaitement réversibles (absence de toute hystérésis thermique). Pour éliminer les erreurs dues aux retards d'origine purement mécanique (ceux-ci étant imputables à la conception même de l'appareillage) nous avons, pour chaque nuance d'alliage, effectué toute une série d'essais mettant en jeu des vitesses de refroidissement différentes. Le point de Curie finalement retenu correspond à la valeur obtenue par extrapolation à vitesse nulle.

Compte tenu des précautions signalées précédemment, l'évolution de la température de Curie en fonction de la teneur en nickel est représentée sur la figure 8.

b) Pour connaître exactement les températures auxquelles débutent respectivement la réaction de démixtion $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$ et la transformation allotropique $\gamma \rightarrow \alpha_\gamma$, nous avons procédé de la manière suivante :

Dans une première série d'essais, nous avons utilisé des échantillons préalablement homogénéisés à 1300°C puis trempés à l'eau, c'est-à-dire ne contenant qu'une phase unique α. Après les avoir portés à 930°C et maintenus à cette température pendant un laps de temps suffisamment court (15 minutes) pour éviter toute trace de précipitation de la phase γ, tout en assurant l'équilibre thermique de l'alliage, nous les avons refroidis à des vitesses différentes, comprises entre 2°C et 20°C/minute. Dans ces conditions toute la masse des divers échantillons participe à la réaction de démixtion et les pics obtenus deviennent plus nets.

Dans une deuxième série d'essais, au contraire, les échantillons initialement bruts de coulée ont été maintenus à 1100°C pendant trois

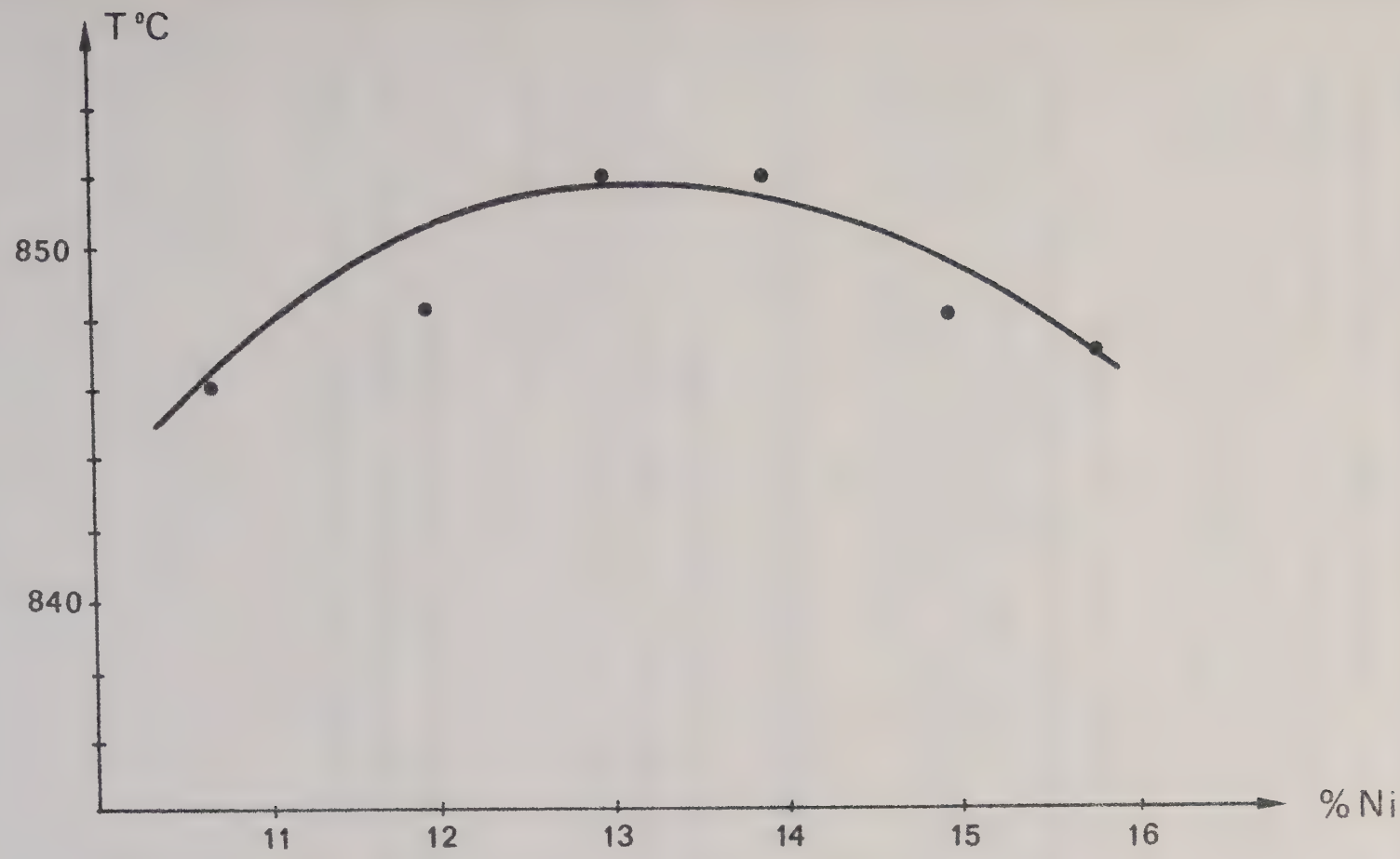


Fig. 8 : Evolution du point de Curie en fonction de la teneur en nickel.

heures de façon à obtenir une précipitation abondante de la phase parasite γ. Nous les avons refroidis ensuite à des vitesses différentes (les mêmes que celles adoptées pour la série précédente). Au cours de ce deuxième mode opératoire la phase γ s'étant formée d'une manière prépondérante, les pics marquant le déroulement de la transformation allotropique $\gamma \rightarrow \alpha_\gamma$ sont nettement amplifiés ce qui facilite le dépouillement des thermogrammes.

Notons que la vitesse maximale de 20°C/minute a été fixée par les performances intrinsèques de l'appareil NETZSCH et que la vitesse minimale de 2°C/minute a été imposée par la faible exothermicité des transformations. En effet, en opérant avec des vitesses plus lentes, les pics ne sont plus décelables avec certitude.

B - INFLUENCE DE LA CONCENTRATION EN NICKEL :

A titre d'illustration, pour les six nuances envisagées, nous avons présenté sur les figures 9 et 10 les thermogrammes différentiels et les courbes dilatométriques obtenus avec des refroidissements réalisés à la même vitesse (5°C/minute).

Les valeurs des divers points de transformation, en fonction de la teneur en nickel, sont rassemblées dans le tableau III et leur évolution est traduite par les courbes de la figure 11.

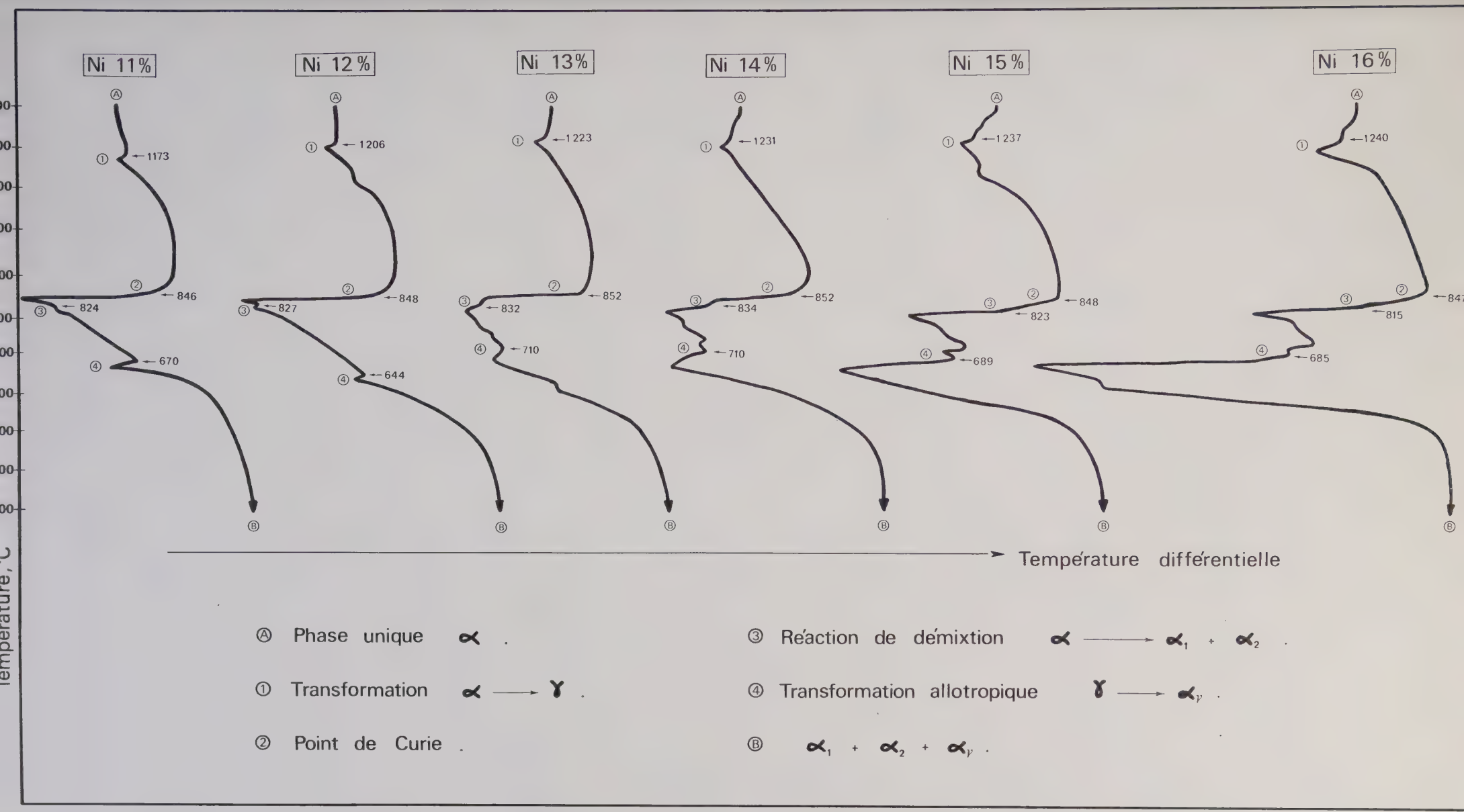


Fig. 9 : Thermogrammes différentiels enregistrés au refroidissement.

Atmosphère : Argon . Sensibilité courbe : 60 μV . Vitesse de refroidissement : 5 °C/mn.

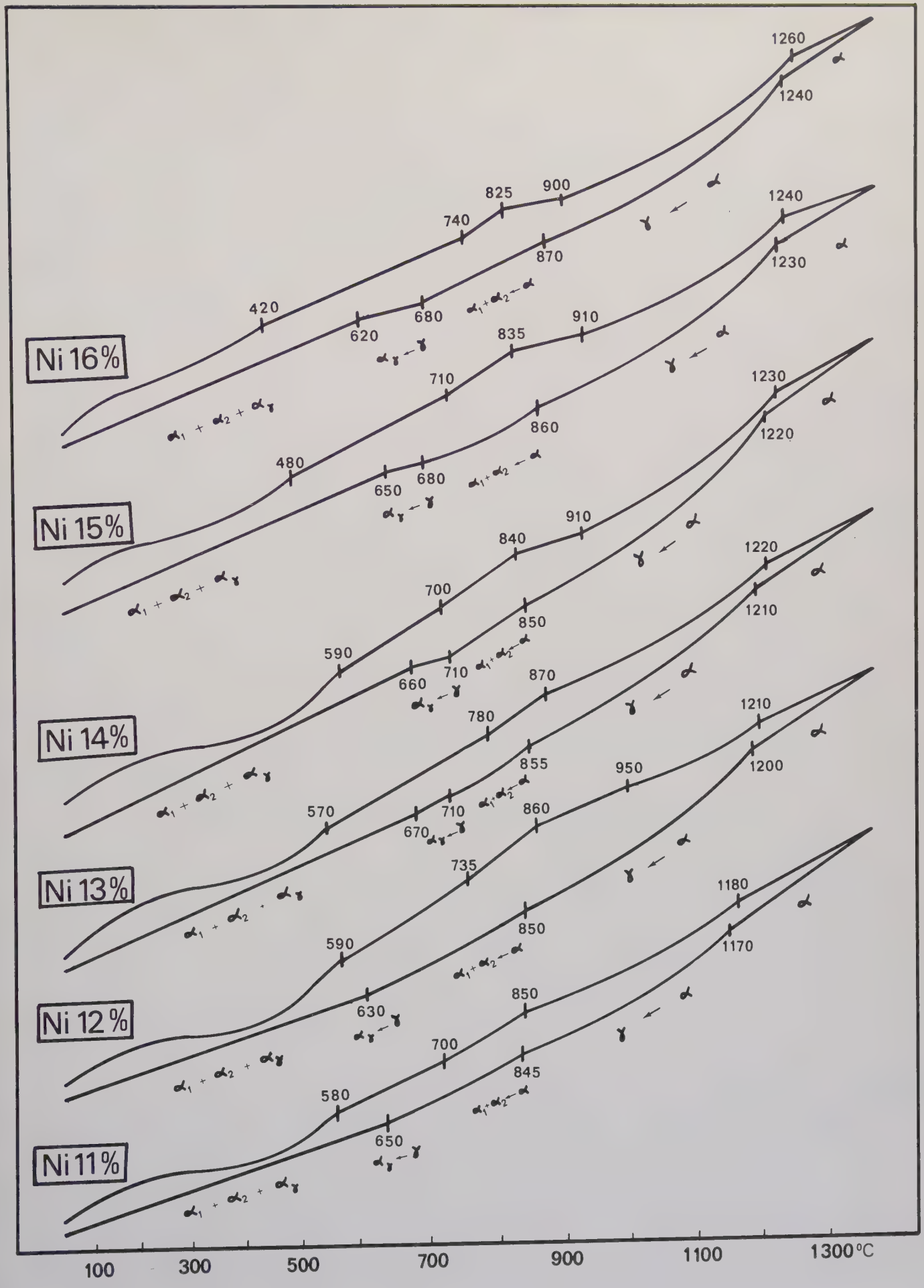


Figure 10 : Courbes dilatométriques (5 °C/mn.)

(Amplification : 500)

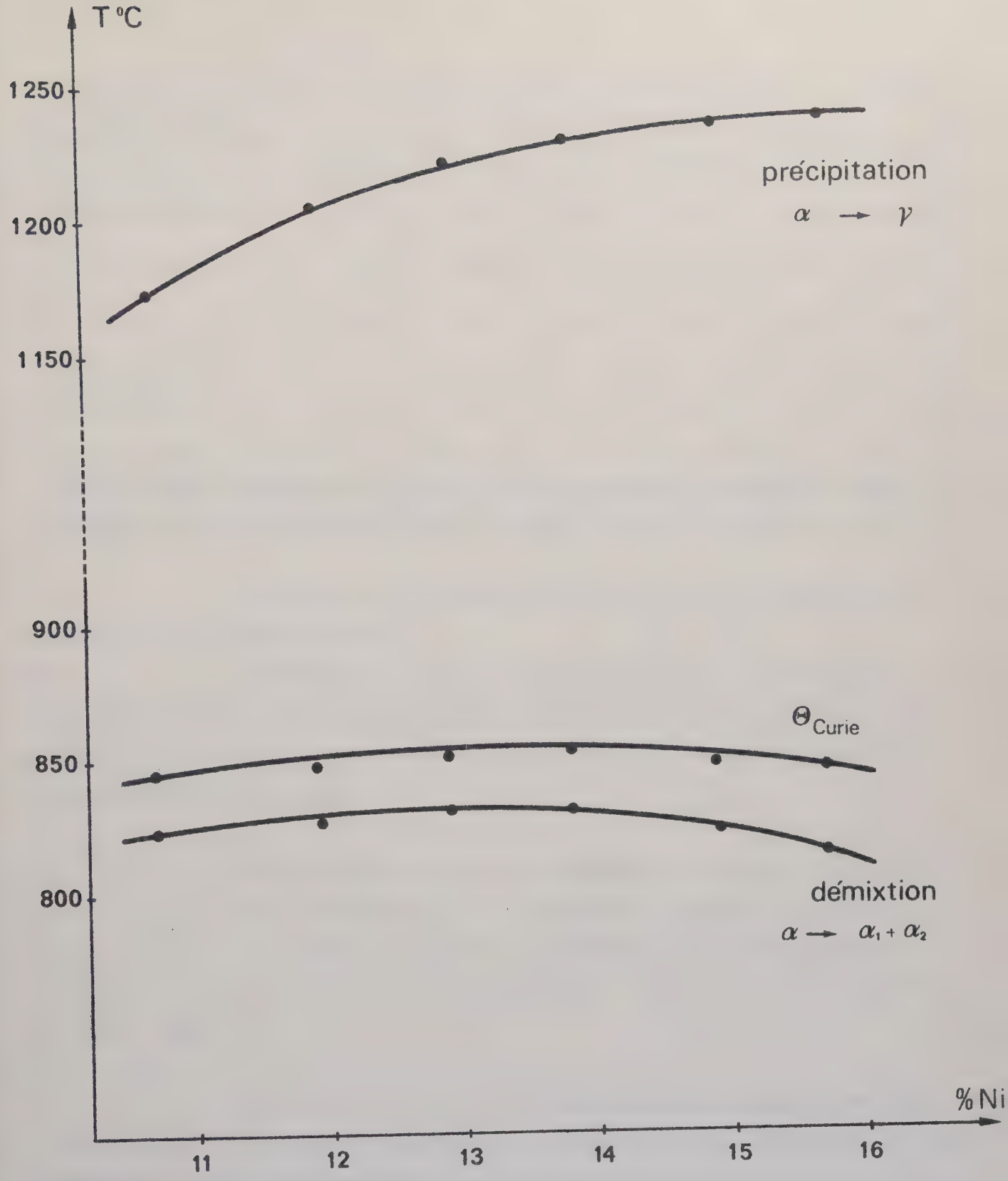
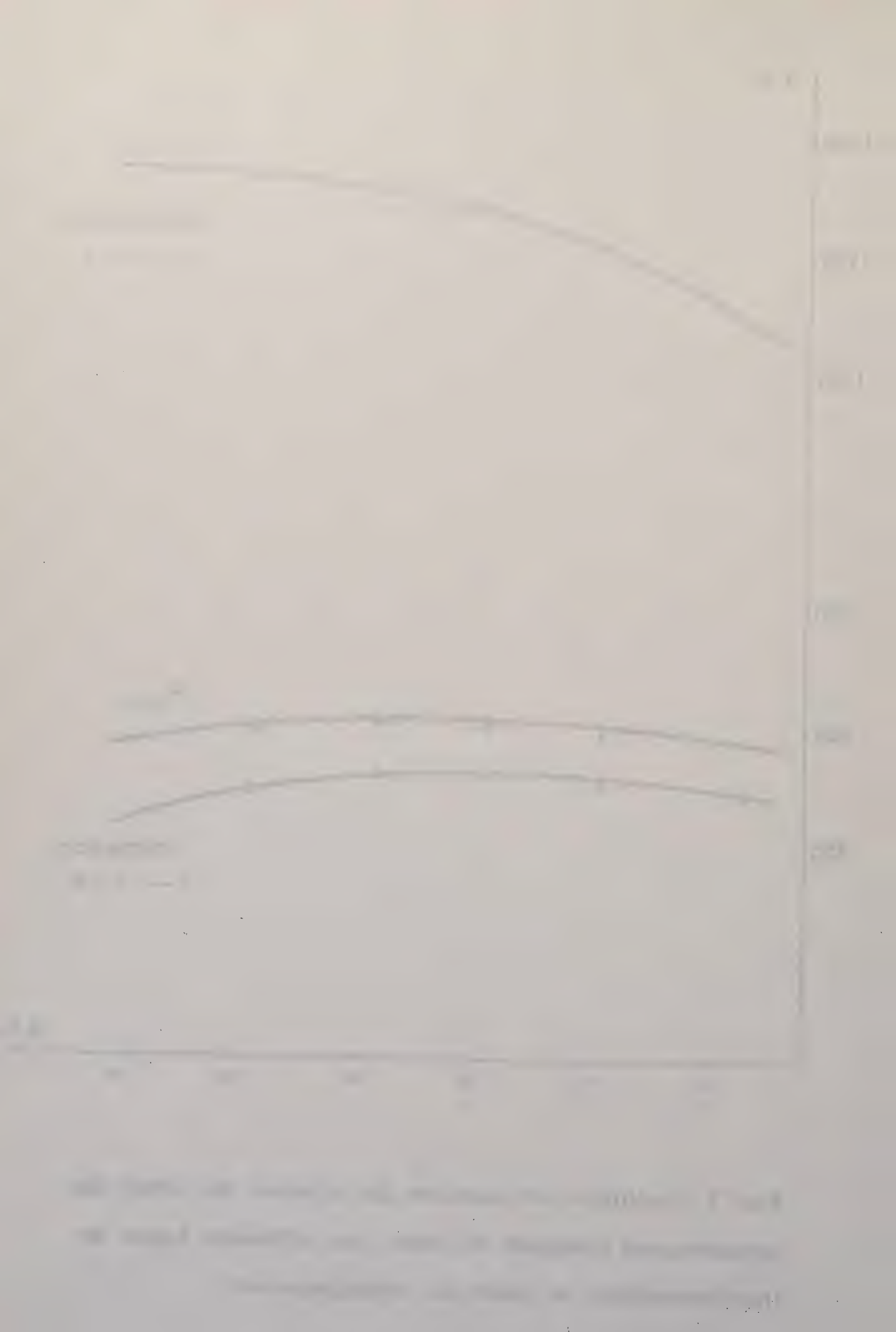


Fig. 11 : Evolution, en fonction de la teneur en nickel, des températures indiquant le début des différents types de transformations au cours du refroidissement.



NATURE DES TRANSFORMATIONS	NUANCE D'ALLIAGES					
	11 % Ni	12 % Ni	13 % Ni	14 % Ni	15 % Ni	16 % Ni
Précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$	1173°C	1206°C	1223°C	1231°C	1237°C	1240°C
Point de Curie	846°C	848°C	852°C	852°C	848°C	847°C
Démixtion : $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$	824°C	827°C	832°C	834°C	823°C	815°C
Transformation Allotropique $\gamma \rightarrow \alpha_\gamma$	670°C	644°C	710°C	710°C	689°C	685°C

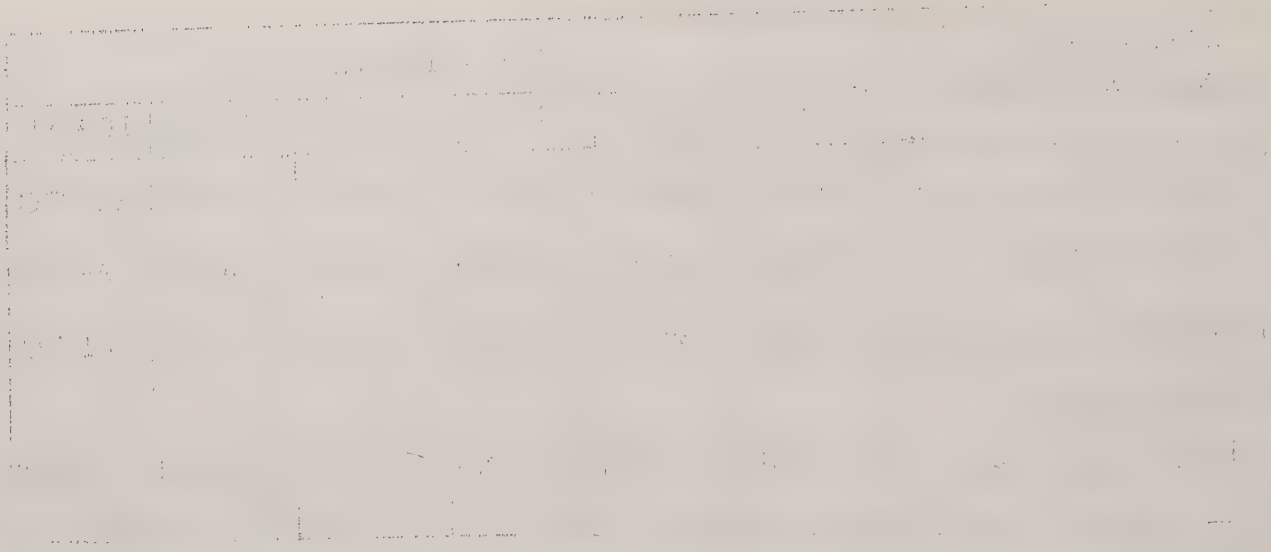
TABLEAU III - Influence du nickel sur les températures marquant le début des différents types de transformations au cours du refroidissement (5°C/minute).

L'examen de ces différentes courbes permet de formuler les quatre constatations suivantes :

1/ Lorsque la teneur en nickel augmente, la réaction de précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$ débute à des températures de plus en plus élevées. En outre, l'amplitude des pics grandit, ce qui s'explique facilement par l'influence gammagène du nickel.

2/ Pour la gamme d'alliages étudiés, la réaction de démixtion $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$ débute toujours à une température inférieure au point de Curie. De plus les courbes représentant l'évolution de ces deux types de transformations, en fonction de la concentration en nickel, ont à peu près la même allure (Fig. 11).

3/ Comme le montrent les thermogrammes différentiels, les pics relatifs à la démixtion deviennent de moins en moins importants avec des quantités de nickel décroissants. En particulier pour l'alliage à 10,65 % de nickel, le pic n'est plus visible et se réduit à un simple changement de pente. Ainsi, le nickel favorise d'une manière considérable la cinétique de la démixtion.



Cette constatation est importante car elle permet d'expliquer les mauvaises performances magnétiques des alliages dont la teneur en nickel est inférieure à 11 %. A l'issue du traitement thermomagnétique couramment appliqué au ticonal 600 la réaction de démixtion est loin d'être achevée, ce qui se répercute sur le champ coercitif dont les valeurs sont alors médiocres.

Rappelons d'autre part que pour les alliages renfermant plus de 15 % de nickel, la cinétique de la réaction de précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$ devenant très rapide, les risques d'apparition de cette phase parasite γ sont beaucoup plus grands, ce qui est également néfaste aux caractéristiques magnétiques.

4/ Enfin, en ce qui concerne la transformation allotropique $\gamma \rightarrow \alpha_\gamma$, elle a lieu entre 700°C et 650°C. Il ne semble pas qu'il existe une corrélation entre la teneur en nickel et la température marquant le début de ce type de transformation. Tout au plus peut-on remarquer que son amplitude croît avec la concentration en nickel, ce qui est normal car la quantité de la phase γ formée au cours de la précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$ est plus importante.

En conclusion, compte tenu des remarques 1 et 3 nous pouvons affirmer que pour avoir de bonnes caractéristiques magnétiques la teneur en nickel dans les alliages de type alnico 5 doit être comprise entre 12 et 15 %.

C - INFLUENCE DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT :

Dans le but d'apprécier l'importance des retards affectant la réaction de démixtion $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$ et la transformation allotropique $\gamma \rightarrow \alpha_\gamma$, en fonction des évolutions thermiques choisies, nous avons soumis la nuance classique à 14 % de nickel (ticonal 600) ainsi que la nuance à 12 % de nickel à des refroidissements s'échelonnant entre 2°C/minute et 20°C/minute.

Le choix de la nuance à 12 % de nickel (non encore commercialisée) est justifié par le fait que ses caractéristiques magnétiques se sont avérées supérieures à celles de l'alnico 5 (comme nous le mettrons en évidence dans le chapitre IV).

Comme le montrent les valeurs regroupées dans le tableau IV et l'allure des courbes de la figure 12, les retards de transformation ne commencent à devenir importants que pour des vitesses de refroidissement supérieures à 15°C/minute.

NATURE DES TRANSFORMATIONS	VITESSE DE REFROIDISSEMENT			
	20°C minute	10° minute	5°C/ minute	2°C/ minute
Alliage à 12 % de nickel :				
Réaction de démixtion	791°C	821°C	827°C	831°C
Transformation allotropique	632°C	642°C	644°C	646°C
Alliage à 14 % de nickel :				
Réaction de démixtion	810°C	829°C	834°C	836°C
Transformation allotropique	688°C	705°C	710°C	712°C

TABLEAU IV - Influence de la vitesse de refroidissement sur les températures marquant les débuts des différents types de transformations.

Par extrapolation à vitesse nulle des résultats obtenus, nous avons pu déterminer avec certitude les températures auxquelles débutent respectivement la réaction de démixtion $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$ et la transformation allotropique $\gamma \rightarrow \alpha_\gamma$ dans les conditions de la réversibilité thermodynamique.

Pour la nuance à 14 % de nickel, la première commence à 837°C, la deuxième à 713°C.

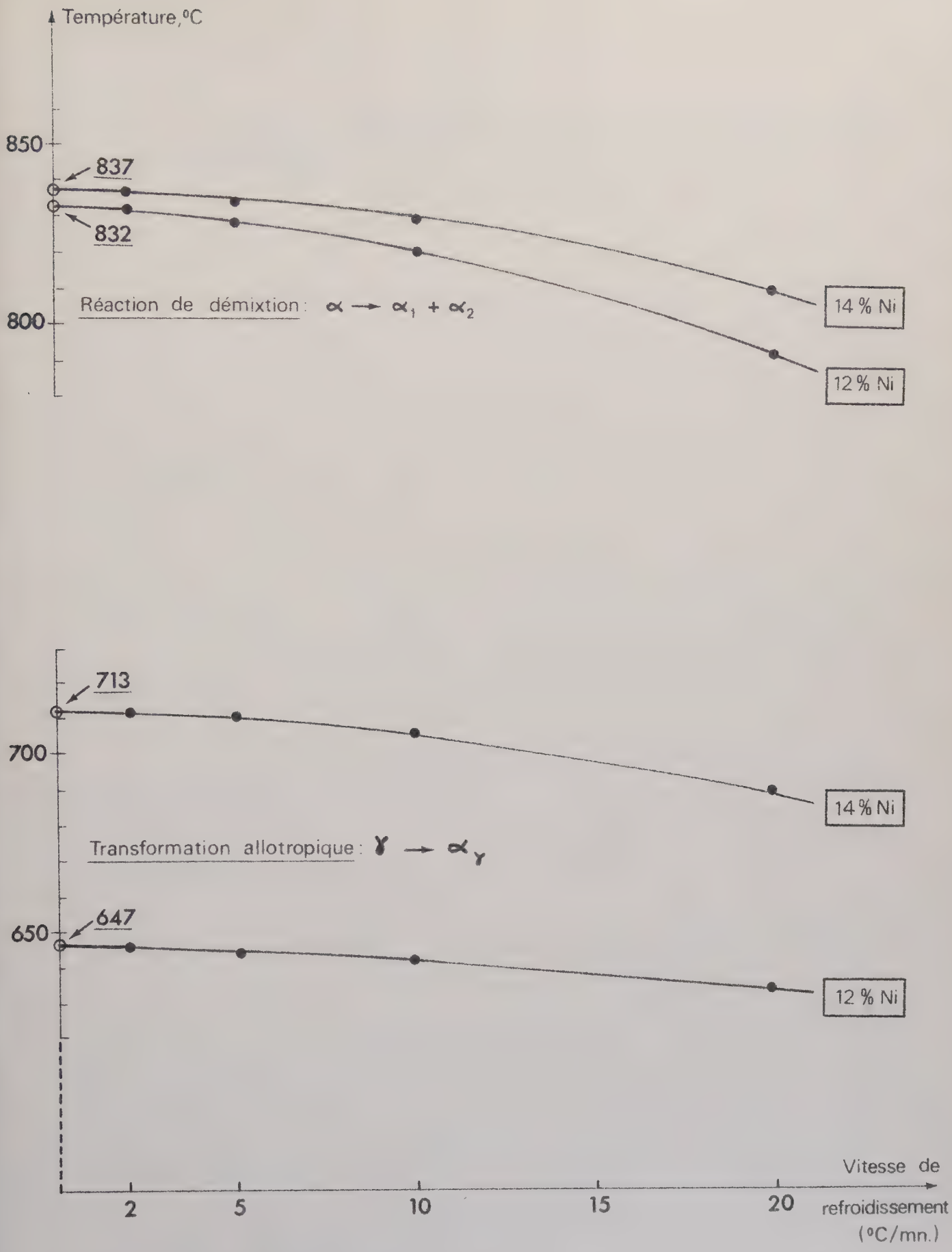


Fig.12 : Extrapolation à vitesse nulle.

Pour la nuance à 12 % de nickel, elles sont égales respectivement à 832°C et 647°C.

CHAPITRE IV

INFLUENCE DU NICKEL SUR LES CARACTERISTIQUES MAGNETIQUES DES ALNICO

Pour évaluer les performances magnétiques des six nuances étudiées, nous avons appliqué presque intégralement le traitement thermique habituel du ticonal 600, nous bornant à faire varier, dans une certaine mesure, un seul paramètre: la vitesse de refroidissement entre 900°C et 600°C lors du traitement thermomagnétique. A cette fin nous avons choisi les trois vitesses de trempe suivantes : 20, 30 et 35°C par minute.

De plus nous nous sommes attachés à vérifier si une addition complémentaire de niobium (de 0,2 à 0,8 % en poids) dans les alliages titrant 11 , 12 et 13 % de nickel est susceptible d'améliorer le champ coercitif comme c'est le cas pour le ticonal 600 D.

Les mesures magnétiques ont été effectuées pour chacune des nuances, une première fois à la fin du traitement thermomagnétique, une deuxième fois à l'issue du double revenu. Les différentes valeurs trouvées sont rassemblées dans le tableau V.

A - INFLUENCE DE LA VITESSE DE TREMPE ET DE LA TENEUR EN NICKEL :

La confrontation des résultats correspondant aux trois évolutions thermiques signalées précédemment montre que les meilleures performances magnétiques sont obtenues pour une vitesse de 35°C/minute. Ainsi une trempe plus énergique, toutes proportions gardées, améliore les caractéristiques magnétiques.

Toutefois, selon Bozorth[10], le refroidissement ne doit pas non plus être trop rapide (inférieur à 600°C/minute), sinon la trempe sous

Nuance	Trempe magnétique			Double revenu		
	B_r (G.)	H_c (Oe.)	$(BH)_{max.}$	B_r (G.)	H_c (Oe.)	$(BH)_{max.}$
11% Ni	14 500	260	2,41	13 800	490	4,40
12% Ni	13 900	345	2,62	13 200	590	4,64
13% Ni	13 500	390	3,30	12 600	570	4,35
14% Ni	13 500	425	3,65	12 800	575	4,60
15% Ni	13 000	495	4,05	12 600	605	4,80
16% Ni	12 400	475	2,94	12 400	580	4,15

Ⓐ : Vitesse de trempe magnétique : 20 °C.min.$^{-1}$

Nuance	Trempe magnétique			Double revenu		
	B_r (G.)	H_c (Oe.)	$(BH)_{max.}$	B_r (G.)	H_c (Oe.)	$(BH)_{max.}$
11% Ni	14 600	255	2,40	13 800	480	4,40
12% Ni	14 000	312	3,08	13 200	545	4,88
13% Ni	13 800	385	3,35	13 100	550	4,85
14% Ni	13 500	408	3,50	12 800	575	4,55
15% Ni	13 000	450	3,52	12 500	620	4,60
16% Ni	12 750	480	3,62	12 300	635	4,55

Ⓑ : Vitesse de trempe magnétique : 30 °C. min.$^{-1}$

Nuance	Trempe magnétique			Double revenu		
	B_r (G.)	H_c [Oe.]	$(BH)_{max.}$	B_r [G.]	H_c [Oe.]	$(BH)_{max.}$
11% Ni	14 400	250	2,21	14 000	470	4,62
12% Ni	14 100	340	2,88	13 400	600	5,80
13% Ni	14 000	435	4,38	13 200	610	5,68
14% Ni	13 600	440	4,20	13 000	650	5,45
15% Ni	13 000	490	4,26	12 400	665	5,30
16% Ni	12 500	520	3,44	12 000	670	4,50

Ⓒ : Vitesse de trempe magnétique : 35 °C.min.$^{-1}$

Tableau V : Caractéristiques magnétiques des 6 nuances d'alliages Alnico élaborés.

champ magnétique perd de son efficacité (la diffusion devenant presque nulle), et la fragilité du matériau augmente fortement.

A partir des valeurs contenues dans le tableau V, nous avons établi les courbes donnant l'évolution, en fonction de la teneur en nickel, des différentes grandeurs magnétiques (Figures 13, 14, 15 et 16).

L'examen de ces courbes nous permet de formuler les quatre remarques suivantes :

1/ Le champ coercitif augmente avec la concentration en nickel. Notons plus particulièrement d'une part l'écart important existant entre les valeurs de Hc pour les nuances à 11 et 12 % de nickel et d'autre part, pour ces deux mêmes nuances, l'effet plus marqué du double revenu (il suffit pour s'en convaincre d'observer le saut assez spectaculaire du champ coercitif après le double revenu par rapport aux résultats obtenus à l'issue du simple traitement thermomagnétique). Nous avons ainsi la confirmation indirecte que la démixtion n'a pas été complète lors de la trempe sous champ magnétique, la cinétique de la réaction étant très lente.

2/ L'induction rémanente B_r par contre diminue d'une façon régulière lorsqu'on augmente la teneur en nickel.

3/ Le produit d'énergie $(B\,H)_{max.}$, qui représente, sur le plan pratique, un compromis entre ces deux premières grandeurs magnétiques, passe par un maximum pour l'alliage à 12 % de nickel, ceci étant d'autant plus net que la trempe sous champ magnétique a été plus énergique.

Globalement nous pouvons observer que les caractéristiques magnétiques restent acceptables pour des teneurs en nickel comprises entre 12 et 15 %. En dehors de cet intervalle de composition elles deviennent mauvaises pour différentes raisons déjà signalées au chapitre III.

4/ Si nous comparons les deux nuances renfermant respectivement 12 % de nickel et 14 % de nickel (ticonal 600), nous constatons que la valeur du produit d'énergie $(B\,H)_{max.}$ du premier alliage est toujours supé-

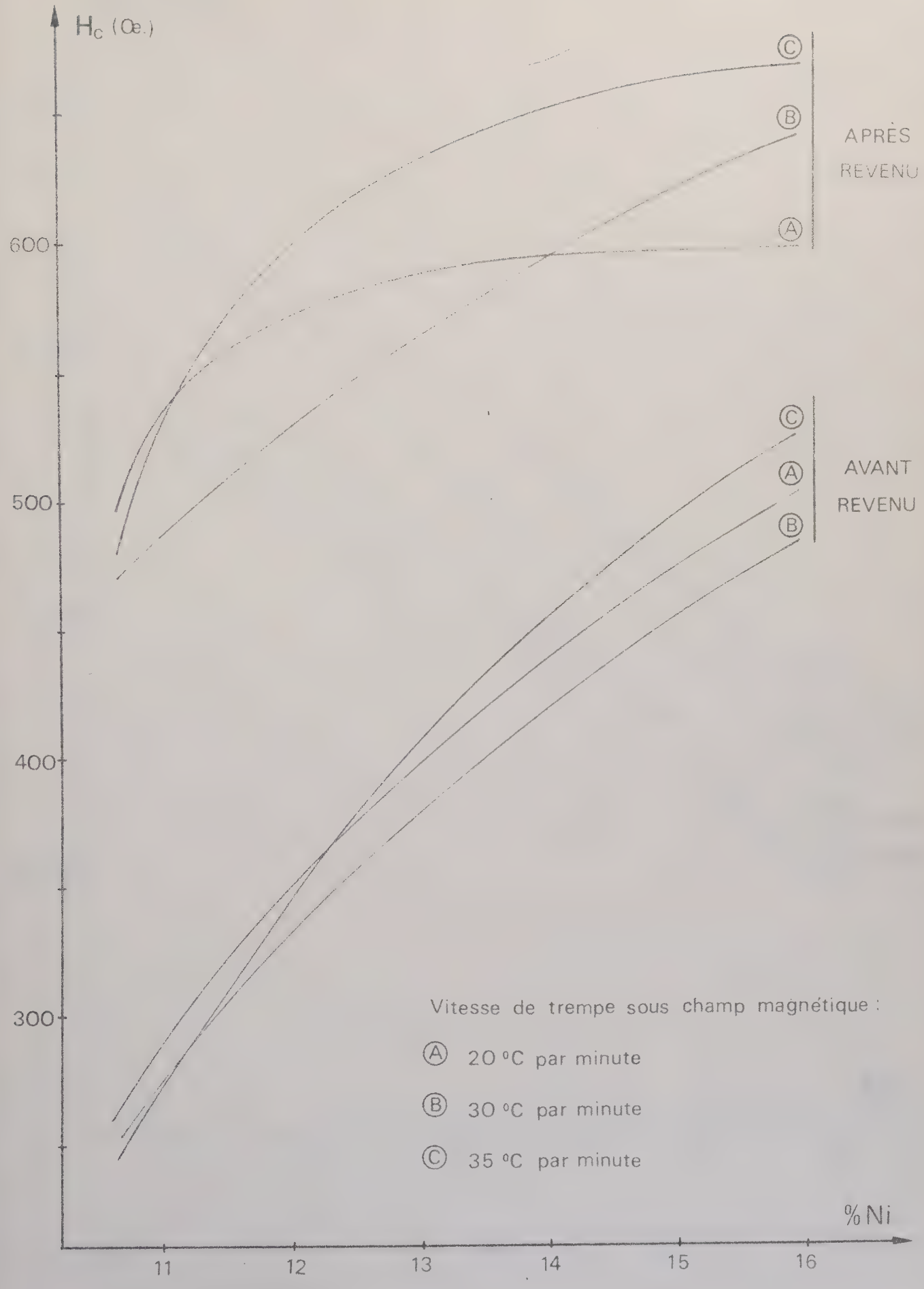


Fig. 13 : Evolution du champ coercitif en fonction de la teneur en nickel.

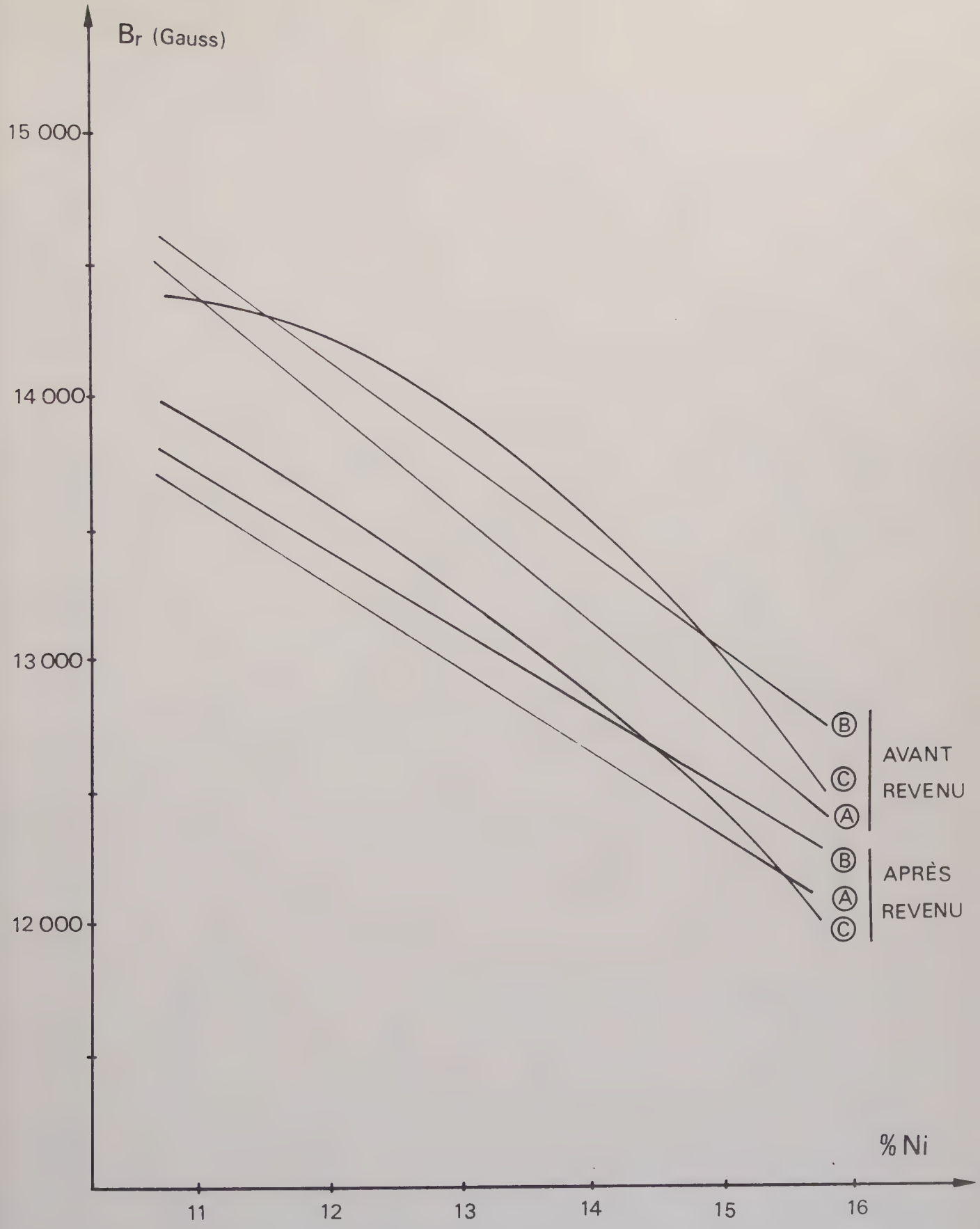


Fig.14 : Evolution de l'induction rémanente en fonction de la teneur en nickel.

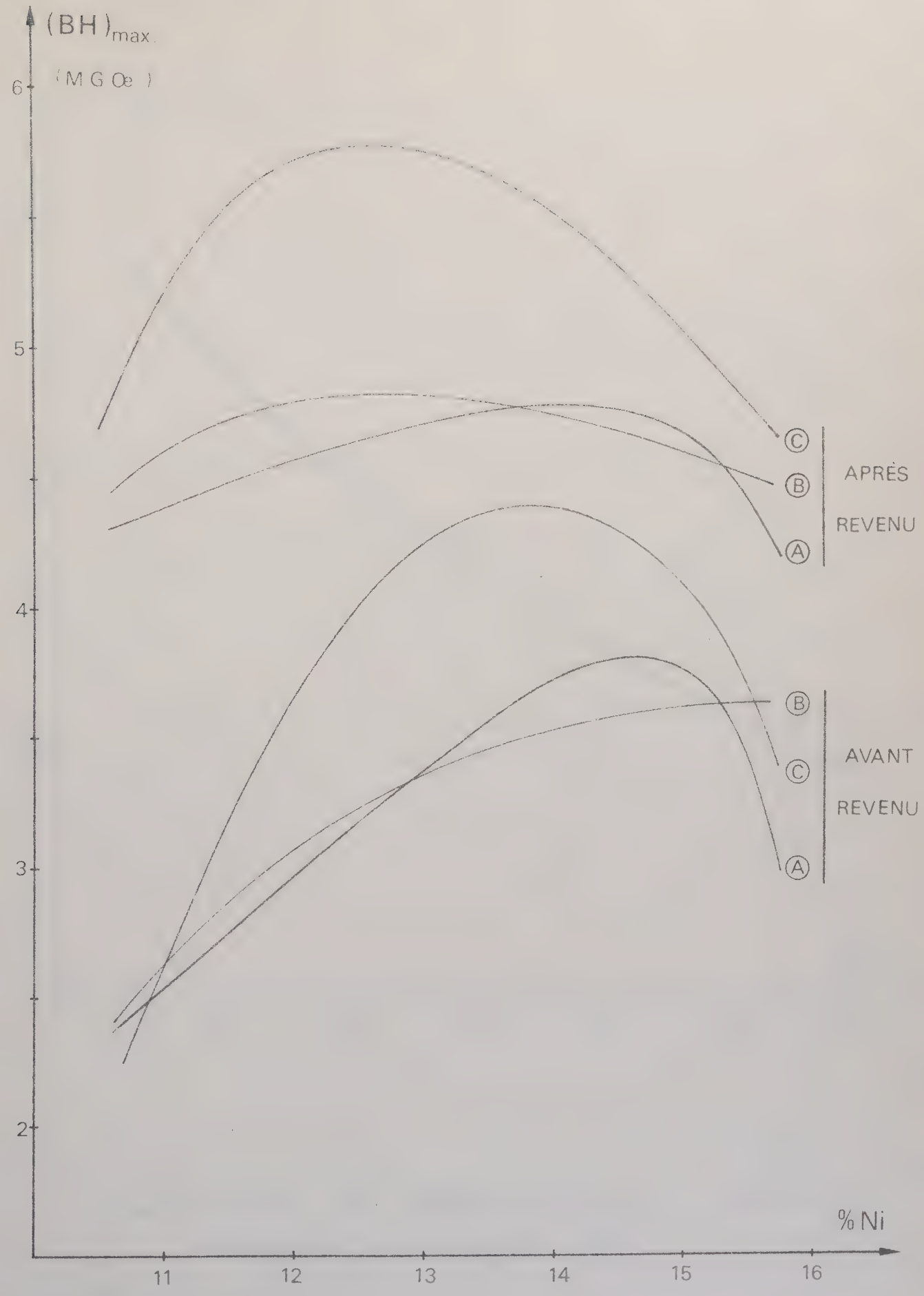


Fig.15 : Evolution du produit d'énergie en fonction de la teneur en nickel.

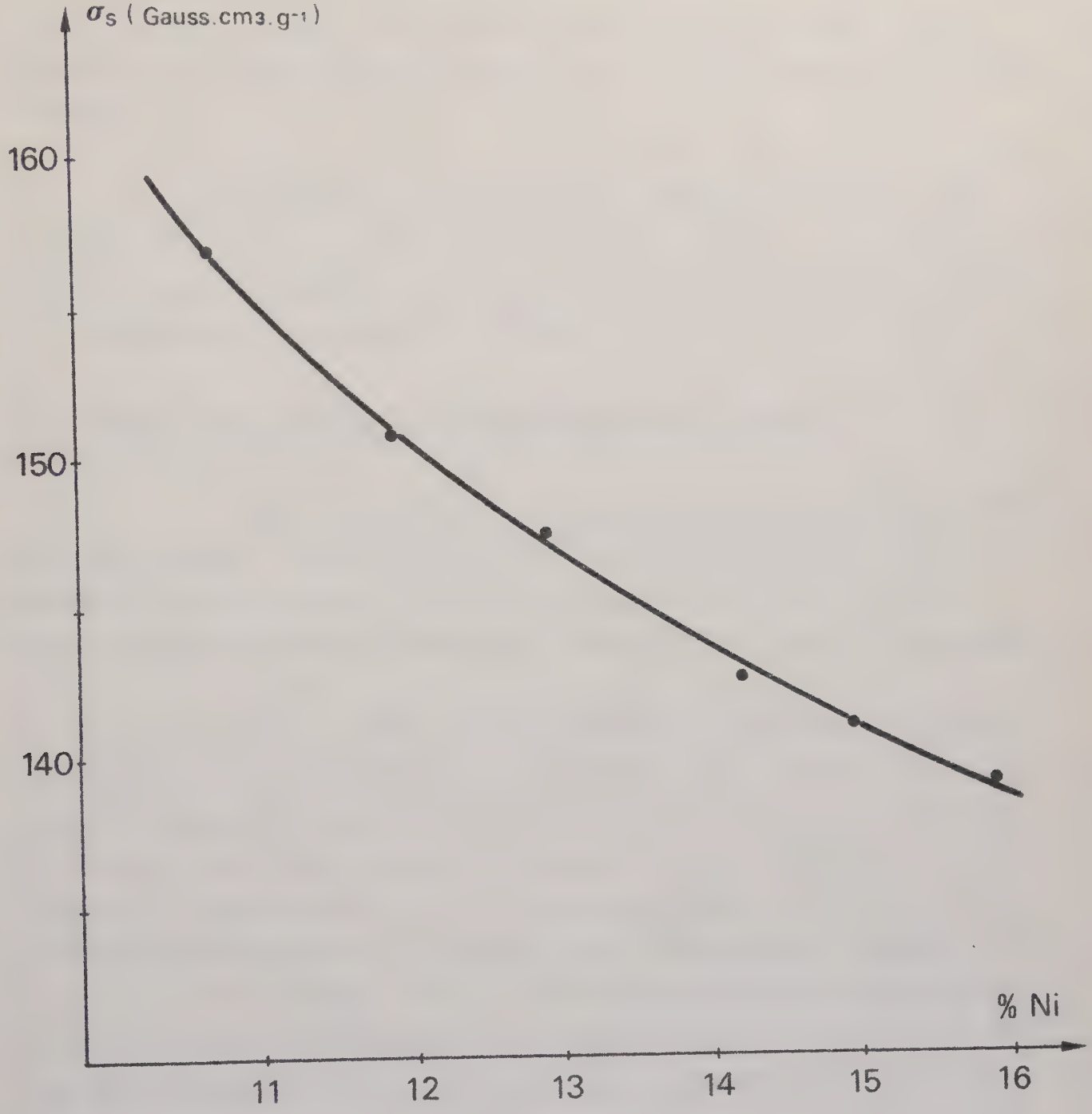


Fig.16 : Evolution de l'aimantation spécifique à saturation en fonction de la teneur en nickel .

rieure à celle du second, ceci étant dû au fait que l'augmentation de la rémanence (400 Gauss environ) l'emporte sur le faible abaissement du champ coercitif.

En définitive, en appliquant le traitement thermique usuel réservé à l'alnico 5, une réduction de la teneur en nickel de 2 % par rapport à la teneur habituelle du ticonal 600 est tout à fait possible sans nuire aux performances magnétiques de l'alliage.

B - EFFETS D'UNE ADDITION COMPLEMENTAIRE DE NIOBIUM :

Des études antérieures faites par plusieurs chercheurs, notamment par Bronner[9] ont permis de préciser qu'une faible addition de niobium, inférieure à 2 % en poids, à un alliage contenant du titane, améliore la coercivité tout en diminuant légèrement la fragilité du ticonal 600 classique.

Afin de vérifier si l'introduction de niobium dans les alnico faisant l'objet du présent travail est susceptible d'être bénéfique, en particulier si elle permet d'obtenir des produits d'énergie $(B\,H)_{max.}$ supérieurs à 6 M.G.Oe., nous avons élaboré de nouvelles séries d'alliages portant en premier lieu sur la nuance à 12 % de nickel qui présente les meilleures caractéristiques magnétiques, en deuxième lieu sur les nuances voisines à 11 et 13 % de nickel. Chacune de ces trois nuances de base a été additionnée de petites quantités de niobium (égales respectivement à 0,2, 0,4, 0,6 et 0,8 %) et soumise à un traitement thermique identique à celui appliqué aux mêmes alliages dépourvus de niobium.

Les caractéristiques magnétiques des douze matériaux définis précédemment sont indiquées dans le tableau VI.

Nous pouvons constater que les résultats obtenus sont décevants. Les faibles valeurs du produit d'énergie $(B\,H)_{max.}$ proviennent d'une diminution anormalement forte, plus importante que prévue, des valeurs de

Nuance		Trempe magnétique			Double revenu		
% Ni	% Nb	Br (G.)	Hc (Oe.)	$(BH)_{max}$	Br (G.)	Hc (Oe)	$(BH)_{max}$
11	0,2	13 500	260	2,1	12 800	515	4,2
	0,4	13 100	140	1,1	12 800	530	4,0
	0,6	13 600	170	1,5	13 000	505	4,4
	0,8	13 200	240	1,7	12 600	500	4,0
12	0,2	13 400	275	2,0	12 600	580	4,7
	0,4	13 000	210	1,4	12 300	585	4,7
	0,6	13 000	210	1,7	12 400	535	3,7
	0,8	13 200	230	2,0	12 200	580	4,5
13	0,2	13 200	305	2,3	12 200	615	4,6
	0,4	12 800	290	2,3	12 400	625	5,0
	0,6	13 400	290	2,5	12 400	630	4,9
	0,8	12 700	320	2,2	12 000	620	4,4

(I) : Vitesse de trempe magnétique : 35 °C.min.$^{-1}$.

Nuance		Trempe magnétique			Double revenu		
% Ni	% Nb	Br (G.)	Hc (Oe)	$(BH)_{max}$	Br (G.)	Hc (Oe)	$(BH)_{max}$
11	0,2	13 500	150	1,5	13 200	510	4,9
	0,4	13 200	120	1,0	13 000	490	4,0
	0,6	13 600	100	1,0	13 000	500	4,6
	0,8	13 200	190	1,7	12900	535	4,5
12	0,2	13 000	185	1,4	12 300	590	4,5
	0,4	13 200	130	1,1	12700	600	5,3
	0,6	13 600	180	1,5	13 000	585	5,0
	0,8	13 300	170	1,4	12400	600	5,0
13	0,2	13 300	350	1,9	12 700	630	5,4
	0,4	13 000	270	2,1	12 200	650	4,9
	0,6	13 400	230	2,0	12 500	650	5,2
	0,8	13 200	210	1,5	12 400	645	5,3

(II) : Vitesse de trempe magnétique : 55 °C.min.$^{-1}$

Tableau VI : Caractéristiques magnétiques des Alnico additionnés de Niobium.

l'induction rémanente, tandis que les valeurs du champ coercitif ne sont pas meilleures que celles obtenues avec des alliages sans addition de niobium.

Ces mauvaises caractéristiques magnétiques ne sauraient être imputées au rôle gammagène du niobium qui accélère la cinétique de la précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$. En effet l'examen au microscope optique des divers échantillons étudiés n'a pas permis de déceler la présence de la phase parasite γ.

Une composition ou une morphologie défectueuses des phases α_1 et α_2, un traitement thermique inadapté à ce nouveau type d'alnico sont peut-être responsables de cette dégradation des performances magnétiques.

CHAPITRE V

CONCLUSIONS GENERALES

De cette étude de l'influence de la concentration en nickel dans les alliages alnico du type ticonal 600 (ou alnico 5), les compositions standard des autres éléments restant inchangées, nous pouvons déduire les principales conclusions suivantes :

1/ Le nickel est un constituant fortement gammagène du point de vue de la cinétique de la réaction de précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$. En particulier, lorsque la teneur en nickel est supérieure à 16 %, il devient impossible d'éviter une précipitation abondante de la phase parasite γ au cours du traitement thermomagnétique, ce qui est néfaste aux performances magnétiques.

2/ Le nickel est un constituant favorable à la cinétique de la réaction de démixtion $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$. Cette dernière est pratiquement totale pour les fortes teneurs en nickel et elle est au contraire à peine commencée pour les alliages renfermant moins de 11 % de nickel. Pour ces derniers ce fait se traduit, à l'issue de la trempe sous champ magnétique, par des valeurs médiocres du champ coercitif Hc et, à un degré moindre, du produit $(B\,H)_{max.}$. Certes le double revenu permet de compléter ultérieurement la démixtion et de relever ainsi, de façon assez spectaculaire, le champ coercitif et le produit $(B\,H)_{max.}$, mais cette amélioration est malgré tout insuffisante pour que les caractéristiques atteignent des valeurs acceptables pour les usages technologiques habituels.

Ainsi pour être utilisés industriellement, les alliages du type alnico 5 doivent contenir entre 12 et 15 % de nickel.

3/ Lorsqu'on augmente progressivement le pourcentage en nickel, la position des divers points de transformation évolue de la manière suivante :

a) la réaction de précipitation $\alpha \rightarrow \gamma$, au cours du refroidisse-

ment, commence à une température de plus en plus élevée,

b) la température de Curie varie légèrement, le maximum se situant entre 13 et 14 % de nickel,

c) la réaction de démixtion débute toujours à une température inférieure au point de Curie et admet un maximum pour la teneur de 14 % de nickel,

d) la transformation allotropique $\gamma \rightarrow \alpha_\gamma$ se déroule dans une zone de température comprise entre 700°C et 640°C. Il ne semble pas exister de corrélation entre la teneur en nickel et la température à laquelle débute ce type de transformation.

4/ La comparaison des caractéristiques magnétiques, obtenues à l'issue des traitements thermiques usuels, pour les deux nuances renfermant respectivement 12 % de nickel et 14 % de nickel (alnico 5) montre qu'elles sont absolument équivalentes, et qu'il est possible d'envisager une réduction de la teneur en nickel de 2 % sans altérer les performances magnétiques de cette catégorie d'alnico.

5/ Enfin l'échec des essais effectués en vue d'améliorer les propriétés magnétiques, grâce à une faible addition de niobium dans les alliages renfermant de 11 à 13 % de nickel, illustre une fois de plus la complexité des phénomènes mis en jeu dans les alnico et souligne la nécessité d'études plus approfondies de l'influence d'additions mineures d'éléments tels que le niobium, le silicium et le titane etc... sur la cinétique des diverses transformations physicochimiques, sur la germination et la morphologie des phases se développant au cours de la trempe sous champ magnétique et sur le mécanisme du double revenu. A partir des informations ainsi recueillies, il sera alors possible de choisir à bon escient la composition chimique et le mode de traitement le plus approprié pour cette catégorie d'aimants permanents.

BIBLIOGRAPHIE

(1) - W. JELLINGHAUS - Arch. Eisenhüttenw., 16, 347 (1943)

(2) - M.G.VAN DERSTEEG, K.J. DEVOS - Z. Angew Phys., 17, 2, 98 (1964)

(3) - E. PLANCHARD, R. MEYER, C. BRONNER - Z. Angew Phys., 17, 3, 174 (1964)

(4) - A.G. CLEGG - Premières Journées Européennes des Aimants Permanents, VIENNE (1965)

(5) - G. VALLIER - Thèse, Université de Grenoble (1965)

(6) - G. MARCON - Thèse, Université de Grenoble (1971)

(7) - J.R. HANSEN - U.S. Patents 2.499.860 à 862 (1950)

(8) - J.W. CAHN - J. Appl. Phys., 34, 12, 3581, (1963)

(9) - C. BRONNER, J.P. HABERER, E. PLANCHARD, J. SAUZE - Cobalt, 46, 15, (1970)

(10) - R. BOZORTH - "Ferromagnetism" - D. VAN NOSTRAND Company, Inc.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION 1

CHAPITRE I - METHODES d'INVESTIGATION et de MESURE..... 5

A/ Elaboration des alliages..... 5

B/ Traitements thermiques..... 6

C/ Méthodes d'analyse..... 7

CHAPITRE II - INFLUENCE DU NICKEL sur la CINETIQUE de la TRANSFORMATION $\alpha \rightarrow \gamma$ en CONDITIONS ISOTHERMES..... 9

CHAPITRE III - INFLUENCE du NICKEL sur les TRANSFORMATIONS en CONDITIONS ANISOTHERMES..... 12

A/ Réalisation pratique..... 12

B/ Influence de la concentration en nickel..... 14

C/ Influence de la vitesse de refroidissement..... 16

CHAPITRE IV - INFLUENCE du NICKEL sur les CARACTERISTIQUES MAGNETIQUES des ALNICO..... 19

A/ Influence de la vitesse de trempe et de la teneur en nickel..... 19

B/ Effets d'une addition complémentaire de niobium. 21

CHAPITRE V - CONCLUSIONS GENERALES..... 23

BIBLIOGRAPHIE..... 25

Vu,

Grenoble, le 1972

Le Président du Jury

E. BONNIER

Vu et permis d'imprimer,

Grenoble, le 1972

Le Président de l'Université
scientifique et médicale

M. SOUTIF